

РСТ

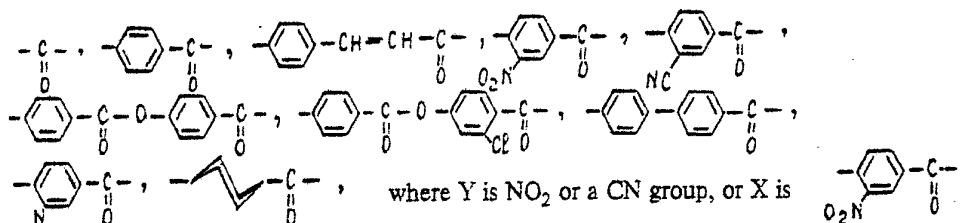
ВСЕМИРНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
Международное бюроМЕЖДУНАРОДНАЯ ЗАЯВКА, ОПУБЛИКОВАННАЯ В СООТВЕТСТВИИ
С ДОГОВОРом О ПАТЕНТНОЙ КООПЕРАЦИИ (РСТ)

(51) Международная классификация изобретения: C09K 3/34; C07C 121/76, 69/92	A1	(11) Номер международной публикации: WO 82/00654 (43) Дата международной публикации: 4 марта 1982 (04.03.82)
(21) Номер международной заявки: РСТ/SU80/00145 (22) Дата международной подачи: 22 августа 1980 (22.08.80) (71) Заявители, и (72) Изобретатели: ИВАШЕНКО Александр Васильевич [SU/SU]; Долгопрудный 141700, Московской обл., ул. Первомайская, д. 44а, кв. 57 (SU) [IVASHCHENKO, Aleksandr Vasilevich, Dolgoprudny (SU)]. АДОМЕНАС Повилас Винцович [SU/SU]; Вильнюс 232044, ул. Судервес, д. 5, кв. 12 (SU) [ADOMENAS, Povilas Vintsovich, Vilnyus (SU)]. БАРАБОШКИН Владимир Львович [SU/SU]; Фрязино 141120, дер. Чижово (SU) [BARABOSHKIN, Vladimir Lvovich, Fryazino (SU)]. БАРНИК Михаил Иванович [SU/SU]; Долгопрудный 141700, Московской обл., Лихачевское шоссе, д. 20, кв. 212 (SU) [BARNIK, Mikhail Ivanovich, Dolgoprudny-2 (SU)]. БЕЛЯЕВ Сергей Васильевич [SU/SU]; Долгопрудный 141700, Московской обл., Лихачевское шоссе, д. 20, кв. 4 (SU) [BELYAEV, Sergei Vasilevich, Dolgoprudny (SU)]. БЛИНОВ Лев Михайлович [SU/SU]; Москва 127540, ул. Дуб-		нинская, д. 2, корп. 5, кв. 79 (SU) [BLINOV, Lev Mikhailovich, Moscow (SU)]. БОЛОТИН Борис Маркович [SU/SU]; Москва 107241, Амурская ул., д. 48, кв. 66 (SU) [BOLOTIN, Boris Markovich, Moscow (SU)]. БОВЫЛЕВ Юрий Петрович [SU/SU]; Фрязино 141120, Проспект Мира, д. 10, кв. 67 (SU) [BOVYLEV, Yuri Petrovich, Fryazino (SU)]. ГРЕБЕНКИН Михаил Федорович [SU/SU]; Линия Октябрьской жел. дор., д. 10, кв. 79 (SU) [GREBENKIN, Mikhail Fedorovich, Liniya Oktyabrskoi zhel. dor. (SU)]. ГУДЗЕНКО Виталий Иванович [SU/SU]; Долгопрудный 141700, Московской обл., Лихачевское шоссе, д. 20, кв. 4 (SU) [GUDZENKO, Vitaly Ivanovich, Dolgoprudny (SU)]. ДАУГВИЛЯ Юозос Юозович [SU/SU]; Парие 232034, д. 29, кв. 10 (SU) [DAUGVILA, Yuozos Yuozovich, Parie (SU)]. ДЕНИС Гьярвидос Ионович [SU/SU]; Вильнюс 232040, Гвариягяус, д. 3, кв. 32 (SU) [DENIS, Gyarvidos Ionovich, Vilnyus (SU)]. ЗЕРЮКИНА Людмила Степановна [SU/SU]; Москва 105122, ул. Амурская, д. 10, корп. 1, кв. 21 (SU) [ZERUKINA, Lyudmila Stepanovna, Moscow (SU)]. КАЛИНИНА Татьяна Алексеевна [SU/SU]; .../ (см. на обор.) (continued on the back of this page)

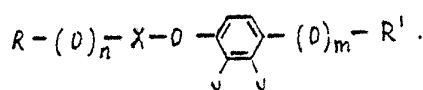
(54) Title: NEW DERIVATIVES OF PHENIC ACID, METHOD OF OBTAINING THEM, LIQUID CRYSTAL MATERIAL WITH NEGATIVE DIELECTRIC ANISOTROPY, METHOD OF OBTAINING THAT LIQUID CRYSTAL MATERIAL, LIQUID CRYSTAL MATERIAL WITH LOW-FREQUENCY INVERSION OF SIGN OF DIELECTRIC ANISOTROPY AND METHOD OF OBTAINING THAT LIQUID CRYSTAL MATERIAL

(54) Название изобретения: НОВЫЕ ПРОИЗВОДНЫЕ ФЕНОЛА, СПОСОБ ИХ ПОЛУЧЕНИЯ, ЖИДКОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЙ МАТЕРИАЛ С ОТРИЦАТЕЛЬНОЙ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ АНИЗОТРОПИЕЙ, СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЭТОГО ЖИДКОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА, ЖИДКОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЙ МАТЕРИАЛ С НИЗКОЧАСТОТНОЙ ИНВЕРСИЕЙ ЗНАКА ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ АНИЗОТРОПИИ И СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЭТОГО ЖИДКОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА

(57) Abstract: New derivatives of phenic acid of general formula (1) where R and R¹ are identical or different and are each an alkyl containing 1 to 9 carbon atoms; O is an atom of oxygen; m and n have the same or different values and are equal to 0 or 1; X is a simple bond



where Y is hydrogen; it being excluded that R=R¹=CH₃, C₄H₉. Are described as well a method of obtaining said derivatives of phenic acid, a liquid crystal material with negative dielectric anisotropy containing said new derivatives of phenic acid of the general formula (1) and a method of obtaining that liquid crystal material; a liquid crystal material with low-frequency inversion of the sign of its dielectric anisotropy containing said new derivatives of phenic acid of the general formula (1) and a method of obtaining that liquid crystal material. The general formula (1) is:



(71) Заявители, и

(72) Изобретатели:

(продолжение) (continuation)

Москва 111558, Зеленый пр., д. 77, корп. 2, кв. 58 (SU) [KALININA, Татьяна Alekseevna, Moscow (SU)]. КАРАМЫШЕВА Людмила Алексеевна [SU/SU]; Москва 103220, ул. Полтавская, д. 2, кв. 126 (SU) [KARAMYSHEVA, Lyudmila Alekseevna, Moscow (SU)]. КЛЕЙНМАН Исai Абрамович [SU/SU]; Москва 117588, Литовский б-р, д. 18, кв. 363 (SU) [KLEINMAN, Isai Abramovich, Moscow (SU)]. КОВШЕВ Евгений Иванович [SU/SU]; Химки 141400, Московской обл., ул. Кирова, д. 12, кв. 15 (SU) [KOVSHOV, Evgeny Ivanovich, Khimki (SU)]. ЛАЗАРЕВА Валентина Тимофеевна [SU/SU]; Долгопрудный 141700, Московской обл., ул. Октябрьская, д. 22, корп. 3, кв. 19 (SU) [LAZAREVA, Valentina Timofeevna, Dolgoprudny (SU)]. ЛОСЕВА Марина Васильевна [SU/SU]; Москва 125502, ул. Фестивальная, д. 65, кв. 214 (SU) [LOSEVA, Marina Vasilevna, Moscow (SU)]. МИТРОШКИН Анатолий Иванович [SU/SU]; Фрязино 141120, ул. Полевая, д. 7, кв. 51 (SU) [MITROSHKIN, Anatoly Ivanovich, Fryazino (SU)]. МОЛОЧКО Вадим Александрович [SU/SU]; Москва 107241, ул. Амурская, д. 48, кв. 71 (SU) [MOLOCHKO, Vadim Aleksandrovich, Moscow (SU)]. САФИНА Разиya Умаровна [SU/SU]; Москва 123056, Электрический пер., д. 12, кв. 38 (SU) [SAFINA, Raziya Umarovna, Moscow (SU)]. СИРУТКАЙТИС Рамас Алексович [SU/SU]; Каунас 233000, Юлиананос плянтас, 50 (SU) [SIRUTKAITIS, Ramas Aleksovich, Kaunas (SU)]. ТИТОВ Виктор Василь-

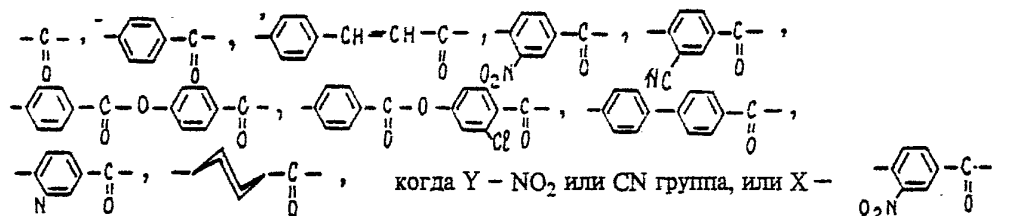
евич [SU/SU]; Москва 125414, ул. Фестивальная, д. 12, кв. 95 (SU) [TITOV, Viktor Vasilevich, Moscow (SU)]. ТУБЕЛИТЕ Алдона Антано [SU/SU]; Вильнюс 232000, Леиклос, 58 (SU) [TUBELITE, Aldona Antano, Vilnyus (SU)]. ФИЛАТОВА Наталия Викторовна [SU/SU]; Москва 111538, Вишняковская ул., д. 31, кв. 264 (SU) [FILATOVA, Nataliya Viktorovna, Moscow (SU)]. ЦВЕТКОВ Валентин Алексеевич [SU/SU]; Долгопрудный 141700, Московской обл., Лихачевское шоссе, д. 20, корп. 3, кв. 71 (SU) [TSVETKOV, Valentin Alekseevich, Dolgoprudny (SU)]. ЧЕРНОВА Нина Ивановна [SU/SU]; Москва 105523, Щелковское шоссе, д. 86, кв. 100 (SU) [CHERNOVA, Nina Ivanovna, Moscow (SU)]. ШОШИН Вадим Михайлович [SU/SU]; Фрязино 141200, Московской обл., ул. Полевая, д. 7, кв. 69 (SU) [SHOSHIN, Vadim Mikhailovich, Fryazino (SU)]. ШТЫКОВ Николай Михайлович [SU/SU]; Долгопрудный 141700, Московской обл., Лихачевское шоссе, д. 11, кв. 45 (SU) [SHTYKOV, Nikolai Mikhailovich, Dolgoprudny (SU)]. ЭТИНГЕН Наталия Борисовна [SU/SU]; Москва 117421, ул. Обручева, д. 19, корп. 1, кв. 21 (SU) [ETINGEN, Nataliya Borisovna, Moscow (SU)].

(81) Указанные государства: CH, DE, GB, JP, US

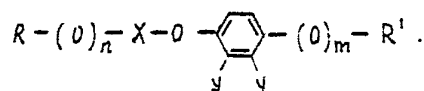
Опубликована

С отчетом о международном поиске
С измененной формулой изобретения

(57) Аннотация: Новые производные фенола общей формулы (1), в которой R и R¹ имеют одинаковые или различные значения и представляют собой каждый алкил, содержащий от 1 до 9 атомов углерода; О — атом кислорода; m и n имеют одинаковые или различные значения и равны 0 или 1; X — простая связь,



когда Y — водород, причем когда X — простая связь, исключается R = R¹ = CH₃, C₄H₉. Описаны также способ получения названных производных фенола общей формулы (1), жидкокристаллический материал с отрицательной диэлектрической анизотропией, включающий названные новые производные фенола общей формулы (1), и способ получения этого жидкокристаллического материала; жидкокристаллический материал с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии, включающий названные новые производные фенола общей формулы (1), и способ получения этого жидкокристаллического материала. Общая формула (1):



5. НОВЫЕ ПРОИЗВОДНЫЕ ФЕНОЛА, СПОСОБ ИХ ПОЛУЧЕНИЯ, ЖИДКОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЙ МАТЕРИАЛ С ОТРИЦАТЕЛЬНОЙ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ АНИЗОТРОПИЕЙ, СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЭТОГО ЖИДКОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА, ЖИДКОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЙ МАТЕРИАЛ С НИЗКОЧАСТОТНОЙ ИНВЕРСИЕЙ ЗНАКА ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ АНИЗОТРОПИИ И СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЭТОГО ЖИДКОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА

Область техники

10. Настоящее изобретение относится к новым жидким кристаллам, а более конкретно к производным фенола, способу получения этих производных фенола, жидкокристаллическому материалу с отрицательной диэлектрической анизотропией, способу получения этого жидкокристаллического материала, жидкокристаллическому материалу с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии и способа получения этого жидкокристаллического материала.

Предшествующий уровень техники

- Известно множество жидкокристаллических производных фенола с положительной диэлектрической анизотропией / $\Delta\epsilon > 0$ / или с диэлектрической анизотропией, значение которой близко к нулю [$\Delta\epsilon < 1$].

- Вместе с тем, для создания жидкокристаллических материалов с высоким значением отрицательной диэлектрической анизотропии, жидкокристаллических материалов с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии и вообще для эффективного регулирования величины диэлектрической анизотропии жидкокристаллического материала необходимы вещества с максимальным значением отрицательной диэлектрической анизотропии.

Первыми из опубликованных в печати веществ с рекордным значением отрицательной диэлектрической анизотропии были α -дианстильбен / $\Delta\epsilon$ достигает значения - 5,5 /.

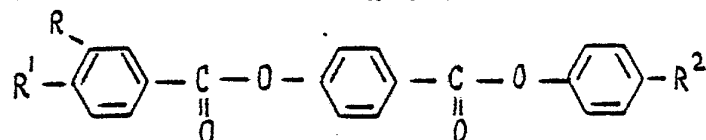


(W.N. De Jen, J. Van der Veen "Instabilities in electric fields of a nematic liquid crystal with large negative dielectric anisotropy" Phys. Lett. A 44, 277, опубликована в июне 1973, изд. North-Holland Publishing Company (Амстердам)).

Однако, α -цианстильбены под действием света изомеризуются из жидкокристаллической транс-формы в цис-форму, которая не обладает жидкокристаллическим состоянием. /Журнал общей химии, том 46, № 9, издан в сентябре 1976г / издательство "Наука", Ленинград /: Ю. Даугвилла, Т. Тубялите, П. Денис, П. Адоменас "Жидкие кристаллы типа α -цианстильбенов /.

Последнее исключило их практическое применение.

Позже были предложены производные 3-нитро- и 3-цианбензойной кислоты общей формулы /А/:



где R - представляет собой группу CN, NO₂ или атом брома

R¹ и R² - n-алкил или n-алкоксирадикал, содержащие от I до 8 атомов углерода.

/ Offenlegungsschrift № 2715519, опубликован 20.01.1977г. по кл. C 09K 3/34 /...

Названные соединения достаточно устойчивы, но обладают невысоким значением отрицательной диэлектрической анизотропии / N_{DA} > -5 /.

В связи с отсутствием веществ с высоким значением отрицательной диэлектрической анизотропии отсутствуют жидкокристаллические материалы с высоким значением отрицательной диэлектрической анизотропии и жидкокристаллические материалы с низкочастотной инверсией знака отрицательной анизотропии, в которых бы использовались такие вещества.

Из способов получения жидкокристаллических материалов с отрицательной диэлектрической анизотропии известен способ, который заключается в смешивании одного из соединений общей формулы А и жидких кристаллов с диэлектрической анизотропией, приблизительно равной нулю / DA = 0 /. Однако, этот способ не позволяет получать жидкокристаллический материал с высоким значением отрицательной диэ-

лектрической анизотропии. Так, например, жидкокристаллический материал, полученный смешением 10 мол.% соединения общей формулы $A/R' = \text{CH}_3\text{O}$, $R^2 = \text{C}_5\text{H}_{11}$, $R = \text{CN}$ / и 90 мол.% 4-амилфенилового эфира 4'-метоксибензойной кислоты имеет отрицательную диэлектрическую анизотропию, равную минус 0,8.

Для практических целей, а именно для получения устройств, выполненных на жидких кристаллах, использующих эффекты поля в жидких кристаллах, необходимы жидкокристаллические материалы с максимальным значением отрицательной диэлектрической анизотропии, поскольку с увеличением абсолютного значения диэлектрической анизотропии улучшаются технические характеристики / временные и пороговые / этих устройств. / Л.М.Блинов "Успехи физических наук" том 64, № I, опубликовано в сентябре 1974г., издательство "Наука" /Москва/, см. стр. 64 /.

Что касается способов получения жидкокристаллического материала с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии, то известен способ получения жидкокристаллического материала, заключающийся в том, что смешивают два компонента, первый из которых - нематический жидкий кристалл с отрицательной диэлектрической анизотропией, второй - нематический жидкий кристалл с положительной диэлектрической анизотропией. В качестве первого компонента используют п-метоксибензилиден-п'-бутиланилин, а в качестве второго п-этоксibenзилиден-п'-циананилин. При изменении содержания второго компонента от 0 до 20% диэлектрическая анизотропия жидкокристаллического материала линейно изменяется от -0,5 до +6,0, а область существования мезофазы включает комнатную температуру. Дополнительная добавка ~ 10% холестерического жидкого кристалла позволяет получить материал, обладающий переходом из холестерического состояния в нематическое под действием электрического поля.

В последнем случае, в отсутствие электрического поля жидкокристаллический материал рассеивает свет, при приложении электрического поля напряженностью 10^4 в/см жидко-



кристаллический материал становится прозрачным. / Пат. США 3984343 кл. 252-299, опубликован 5.10.76 /.

5 Известный способ не может использоваться для получения жидкокристаллического материала с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии, поскольку жидкокристаллические материалы, полученные этим способом, имеют диэлектрическую анизотропию $\Delta\epsilon = 0$ при высоких частотах электрического поля / $f_0 > 5$ мГц /.

10 Известен способ получения жидкокристаллического материала, заключающийся в смешивании двух нематических жидких кристаллов-производных фенилового эфира 4-бензоилоксибензойной кислоты или одного производного фенилового эфира 4-бензоилоксибензойной кислоты и холестерического жидкого кристалла / Offenlegungsschrift № 2500838, кл G 02 F I/13, опубликован 17.7.75; пат. США № 4009934, кл G 02 F I/13, опубликован 01.03.77 /. Так например, жидкокристаллический материал, полученный известным способом, состоящий из п-амилфенилового эфира о-хлор-п-/п-гептилбензоилокси-/бензойной кислоты и 4-октилфенилового эфира о-хлор-п-/п-гептилбензоилокси-/бензойной кислоты, имеет:

15 $\Delta\epsilon^{500\text{мГц}} = +6$, $\Delta\epsilon^{10\text{кГц}} = -2$, $f_0 \sim 4$ кГц.
/ пат. США 4009934, кл. G 02 F I/13, опубликован 01.03.77 /.

25 Однако известным способом не получают жидкокристаллические материалы с равным абсолютным значением диэлектрической анизотропии на низких и высоких частотах электрического поля, а также известный способ не позволяет регулировать величину диэлектрической анизотропии жидкокристаллического материала на высоких и низких частотах электрического поля, что в ряде случаев затрудняет их практическое использование, а именно усложняет управления электрооптическими устройствами, включающими жидкокристаллические материалы, составленные известным способом.

35 Известен способ получения жидкокристаллического материала с инверсией знака диэлектрической анизотропии, который заключается в смешивании жидкокристаллических веществ с низким значением диэлектрической анизотропии / $\Delta\epsilon < 1$ / и жидкокристаллических веществ с низкочастотной инверсией

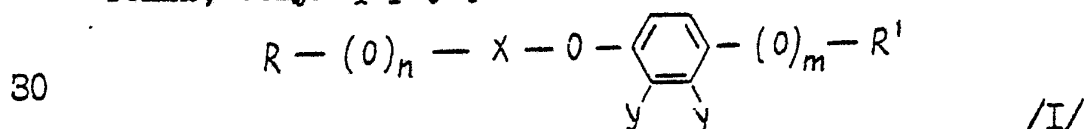


- знака диэлектрической анизотропии производных фенилового эфира бензоилоксибензойной кислоты. Полученный таким способом жидкокристаллический материал, известный под маркой WI, имеет $DA = 2,3$ при 1 кгц, $DA = 0$ при 8 кгц, $DA = -1,3$ при 50 кгц. /W.H. de Jen, G.F. Gevutsena, P. van Zanten, W.T.A. Goossens, Phys. Lett. 39A, № 5, 355 - 356. июль 1972; North-Holland Publishing Company, Amsterdam. Релаксация диэлектрической постоянной и электрогидродинамическая неустойчивость жидких кристаллов /.
- 10 Однако известным способом также не получают жидкокристаллический материал, имеющий равное абсолютное значение диэлектрической анизотропии на высоких и низких частотах электрического поля. Кроме того, жидкокристаллический материал марки WI существует при комнатной температуре только в переохлажденном жидкокристаллическом состоянии, что исключает его практическое использование.
- 15

Раскрытие изобретения

- В основу настоящего изобретения положена задача создать новые производные фенола, имеющие максимальное значение отрицательной диэлектрической анизотропии, способ их получения; жидкокристаллический материал с отрицательной диэлектрической анизотропией, способ получения этого жидкокристаллического материала; жидкокристаллический материал с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии и способ получения этого жидкокристаллического материала.
- 20
- 25

Указанная задача осуществляется тем, что получают производные фенола, имеющие, согласно настоящему изобретению, общую формулу:



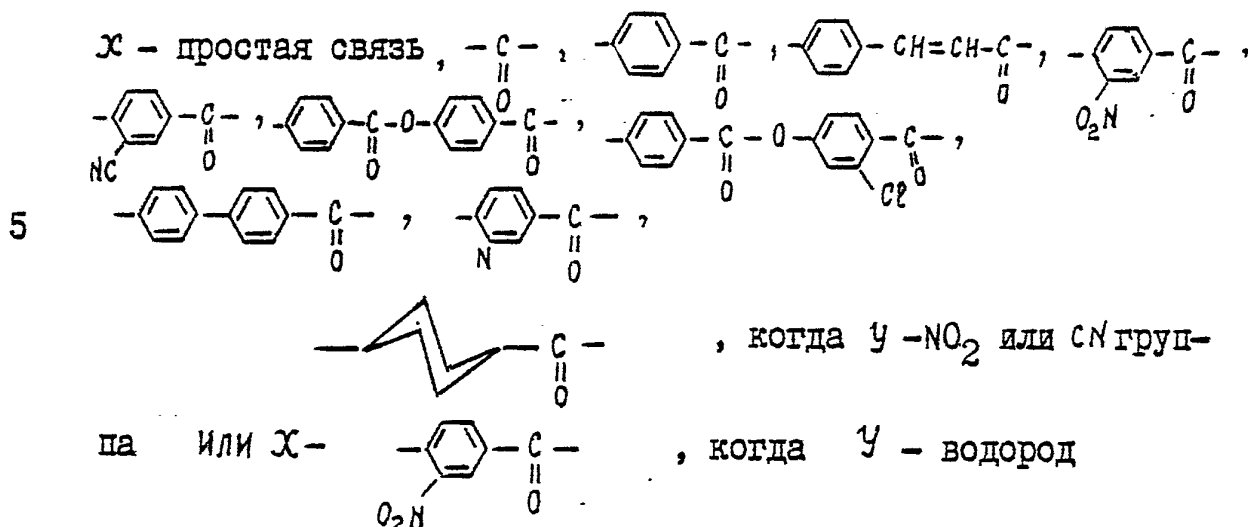
в которой R и R' - имеют одинаковые или различные значения и представляют собой каждый алкил, содержащий от I до 9 атомов углерода;

O - атом кислорода;



- 6 -

m и n - имеют одинаковые или различные значения и равны 0 или 1;



причем, в том случае, когда X - простая связь исключается
 $R = R' = \text{CH}_3$ или C_4H_9 .

10 Производные фенола общей формулы I имеют необычно вы-
 сокое значение отрицательной диэлектрической анизотропии,
 которая достигает для некоторых соединений значения -27.
 Строение новых соединений общей формулы I подтверждается
 данными элементного анализа. Данные их элементного анали-
 15 за, температур фазовых переходов, и значения диэлектричес-
 кой анизотропии приведены в таблице I.

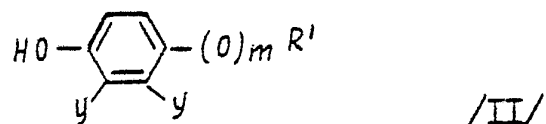
Некоторые из новых соединений являются нематическими
 жидкими кристаллами, некоторые - смектическими жидкими
 кристаллами, некоторые моноотропными жидкими кристаллами,
 20 а некоторые не образуют жидкокристаллической мезофазы, но
 по своей структуре последние являются аналогами жидких
 кристаллов. Для всех них была определена отрицательная ди-
 электрическая анизотропия путем измерения диэлектрической
 анизотропии их растворов в жидкокристаллической матрице и,
 25 учитывая примерную аддитивность диэлектрической анизотро-
 пии составу, последующей экстраполяцией полученных данных.

В случае, когда новые соединения общей формулы I не
 образуют жидкокристаллической мезофазы, они не имеют соб-
 30 ственно диэлектрической анизотропии. Поэтому для них ука-
 зывается мнимая величина диэлектрической анизотропии. Как
 видно из табл. I все новые соединения общей формулы I име-

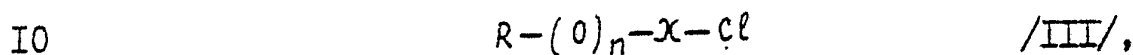
- 7 -

ют значение отрицательной диэлектрической анизотропии значительно превышающее значение отрицательной диэлектрической анизотропии известных веществ.

- 5 Согласно настоящему изобретению, целесообразно производить фенола общей формулы /I/ получать путем ацилирования фенола общей формулы:

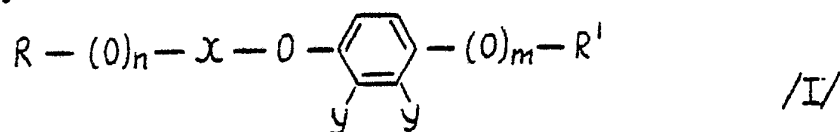


в которой R' , m и y - имеют вышеуказанные значения, хлорангидридом кислоты общей формулы:



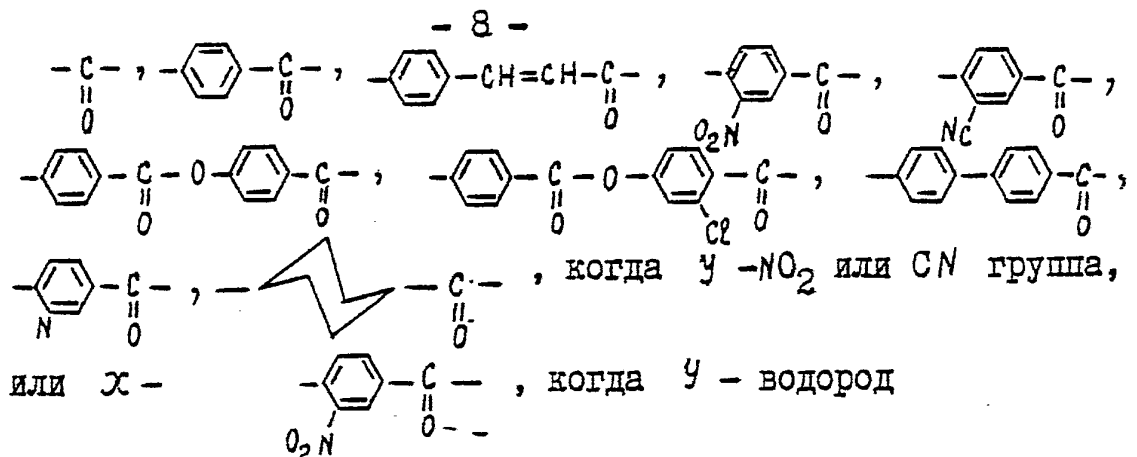
где R , n и x - имеют значения, аналогичные указанным выше, исключая соединения, в формуле которых при x - простая связь, $\text{R} = \text{R}' = \text{CH}_3$ или C_4H_9 , в среде пиридина при комнатной температуре, с последующим выделением целевого продукта.

- 15 Вариант выполнения настоящего изобретения состоит в том, что создан жидкокристаллический материал с отрицательной диэлектрической анизотропией, включающий в состав производные фенола общей формулы /I/, имеющие диэлектрическую анизотропию, менее или равную минус 6, причем, согласно настоящему изобретению, этот материал содержит 3,5 - 40 вес.% по меньшей мере одного производного фенола общей формулы:



- 25 в которой R и R' имеют одинаковые или различные значения и представляют собой каждый алкил, содержащий от I до 9 атомов углерода, O - атомов кислорода, n и m - имеют одинаковые или различные значения и равны 0 или I.
- 30 x - простая связь,



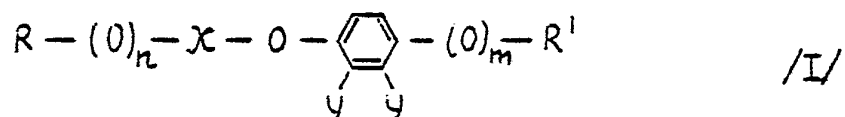


5 и 96,5 - 60 вес.% жидкокристаллического вещества с низким значением диэлектрической анизотропии / /ДА/ < I /.

Целесообразно, согласно настоящему изобретению, по-
лучать названный жидкокристаллический материал с отрица-
тельной диэлектрической анизотропией путем смешивания
3,5 - 40 вес.% по меньшей мере одного производного фено-
ла общей формулы /I/ и 96,5 - 60 вес.% жидкокристалличес-
кого вещества с низким значением диэлектрической анизот-
ропии / /ДА/ < I /, последующего нагревания полученной сме-
си до значения температуры, при которой смесь переходит
в изотропное состояние, после чего названную смесь охлаж-
дают до комнатной температуры.

Благодаря настоящему изобретению получен жидкокри-
сталлический материал, имеющий высокое значение отрицатель-
ной диэлектрической анизотропии / ДА достигает - 7 /.

Другой вариант выполнения настоящего изобретения сос-
тоит в том, что создан жидкокристаллический материал с
низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии,
содержащий производные фенола общей формулы /I/, имеющие
диэлектрическую анизотропию, менее или равную минус 6,
причем согласно настоящему изобретению, он содержит 0,1 -
35 вес.% оптически-активного вещества и/или по меньшей ме-
ре одно производное фенола, имеющее общую формулу:

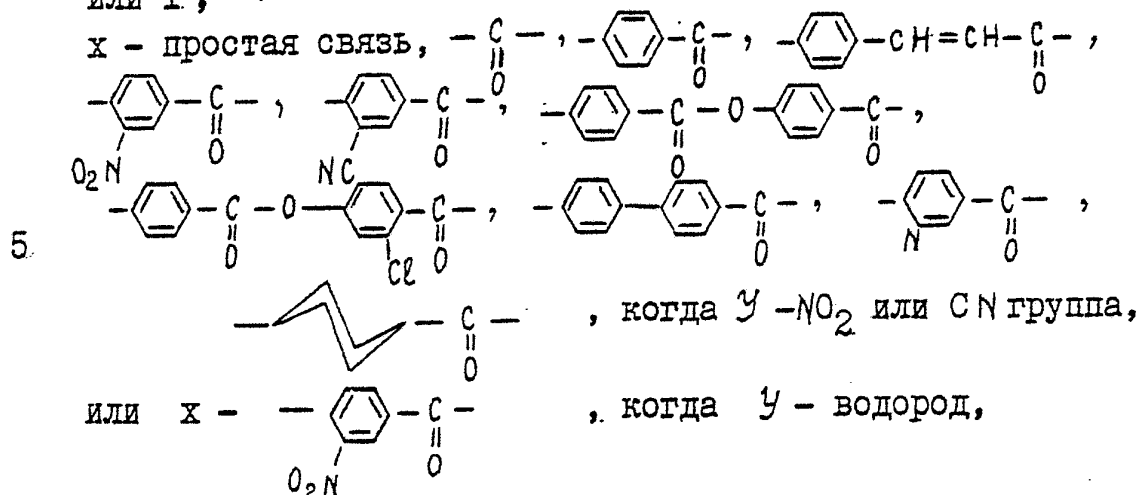


в которой R и R' имеют одинаковые или различные значения
и представляют собой каждый алкил, содержащий от 1 до 9
атомов углерода ;
0 - атом кислорода ;



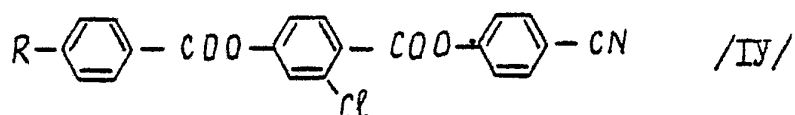
- 9 -

м и п - имеют одинаковые или различные значения и равны 0 или 1;



взятое в количестве 4 - 42 вес.%, 30 - 86 вес.% жидко-
 кристаллического вещества с / /ДА/ < I / и по меньшей мере
 10 одно жидкокристаллическое вещество с низкочастотной инвер-
 сией знака диэлектрической анизотропии в количестве, дос-
 таточном до достижения 100 вес.%.

Целесообразно, согласно настоящему изобретению, в ка-
 честве жидкокристаллических веществ с низкочастотной ин-
 15 версией знака диэлектрической анизотропии использовать
 п-цианфениловые эфиры о - хлор - п - бензоилоксибензойной
 кислоты общей формулы:



в которой R - представляет собой алкил, содержащий от 4
 20 до 7 атомов углерода.

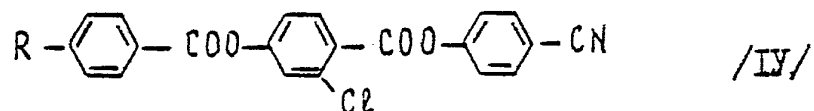
Предложенный жидкокристаллический материал имеет рав-
 ное или близкое абсолютное значение диэлектрической анизо-
 тропии на низких и высоких частотах электрического поля,
 при этом в ряде случаев абсолютное значение диэлектричес-
 25 кой анизотропии на низких и высоких частотах электричес-
 кого поля выше, чем у известных подобных материалов. Наз-
 ванные преимущества позволяют улучшить технические харак-
 теристики устройств, использующих такие жидкокристалличес-
 кие материалы с инверсией знака диэлектрической анизотро-
 30 пии, и упростить управление ими.



- 10 -

Для получения названного жидкокристаллического материала с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии целесообразно использовать, согласно настоящему изобретению, способ, заключающийся в смешивании 30 - 86 вес.% жидкокристаллического вещества с низким значением диэлектрической анизотропии / /ДА/ < 1 /, 0,1 - 35 вес.% оптически-активного вещества и/или по меньшей мере одного производного фенола общей формулы /I/ в количестве 4 - 42 вес.% и по меньшей мере одного жидкокристаллического вещества с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии в количестве, достаточном для получения 100 вес.%, последующем нагревании полученной смеси названных компонентов до температуры, при которой смесь переходит в изотропное состояние, и охлаждении смеси до комнатной температуры.

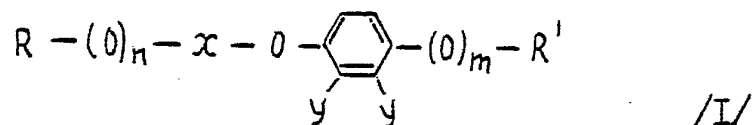
Согласно настоящему изобретению, целесообразно в качестве жидкокристаллических веществ с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии использовать п-цианфениловые эфиры о - хлор - п - бензоилоксибензойной кислоты общей формулы:



в которой R - представляет собой алкил, содержащий от 4 до 7 атомов углерода.

25 Лучший вариант выполнения изобретения

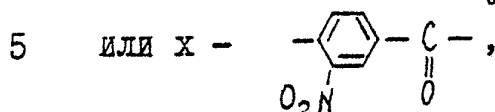
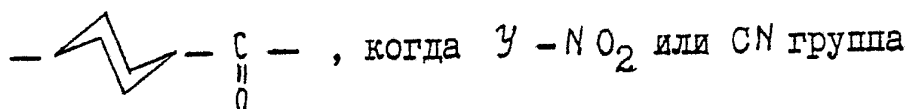
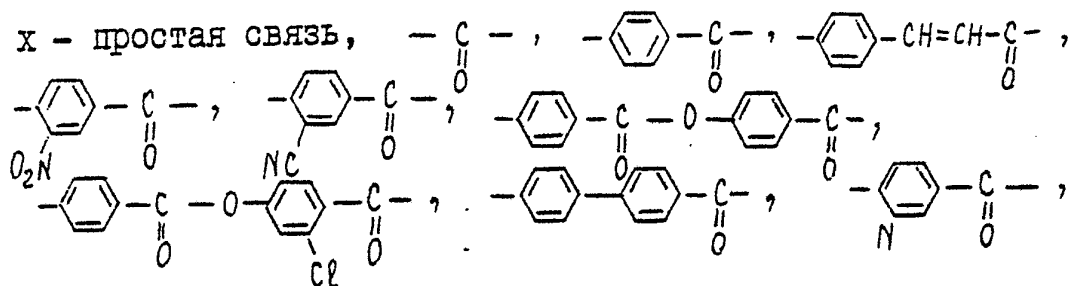
Настоящее изобретение состоит в основном в создании новых производных фенола, имеющих общую формулу:



в которой R и R' - имеют одинаковые или различные значения и представляют собой каждый алкил, содержащий от 1 до 9 атомов углерода,
O - атом кислорода,
n и m - имеют одинаковые или различные значения и равны нулю или 1,



- II -



когда у - водород, причем, в том случае, когда х - простая связь исключается $R = R' = \text{CH}_3$ или C_4H_9 .

Соединениями, имеющими наилучшие показатели по величине диэлектрической анизотропии и температуре плавления, являются, например, следующие вещества:

10 4 - гексилоксифениловый эфир 3 - нитро - 4-гексилоксибензойной кислоты, который имеет диэлектрическую анизотропию, равную - 8,2 и интервал смектической мезофазы от $36,4^\circ$ до $69,8^\circ\text{C}$;

15 4-бутоксид-2,3-динитрофениловый эфир 4-гептилбензойной кислоты, который имеет диэлектрическую анизотропию, равную - 18 и температуру плавления 58°C , и 4-амилокси-2,3-дицианфениловый эфир 4-гексилоксибензойной кислоты, который имеет температуру плавления $89,5^\circ\text{C}$ и диэлектрическую
 20 анизотропию, равную - 25.

Мы предлагаем получать производные фенола, имеющие общую формулу /I/, за исключением тех соединений, в формуле которых при значении заместителя X, равном простой связи $R \neq R' \neq \text{CH}_3$ или C_4H_9 , путем растворения соответствующего фенола в безводном пиридине, добавлении при перемешивании к полученному раствору при комнатной температуре хлорангидрида соответствующей кислоты. Выдерживание смеси при комнатной температуре, последующем вылипании ее в воду, подкислении соляной кислотой до pH 2 - 3
 25 и выделении готового продукта.

30 Согласно изобретению, могут использоваться любые

- 12 -

хлорангидриды *n*-алифатических кислот, 4-замещенных бензойных, коричных, 3- нитробензойных, 3- цианбензойных, бифенил-4¹-карбоновых и транспиклогексанкарбоновых кислот, а также 6-замещенных пиридин-3-карбоновых кислот, 4-/4-замещенных бензоилокси/ бензойных кислот и 2-хлор-4-/4-замещенных бензоилокси/ бензойных кислот. В качестве заместителей указанных хлорангидридов кислот могут использоваться *n*-алкильные *n*-ацильные или *n*-ацилоксильные радикалы с I - 9 атомами углерода. Предпочтительными являются *n*-алкильные или *n*-алкоксирадикалы, поскольку в последнем случае производные фенола общей формулы I имеют более низкую температуру плавления и более высокое значение *n*ДД.

В качестве исходных фенолов, согласно изобретению, могут использоваться любые 4-замещенные-2,3-динитрофенолы или 4-замещенные-2,3-дицианфенолы, которые в качестве заместителей содержат, *n*-алкильные, *n*-алкокси, *n*-ацильные или *n*-ацилоксильные радикалы с I - 9 атомами углерода.

Предпочтительными являются *n*-алкокси радикалы, поскольку 4-*n*-алкокси-2,3-динитрофенолы и 4-*n*-алкокси-2,3-дицианфенолы являются синтетически наиболее доступными соединениями.

Согласно изобретению, могут использоваться также 4-*n*-алкилфенолы, 4-*n*-алкоксифенолы, 4-*n*-ацилфенолы и 4-*n*-ацилоксифенолы с I - 9 атомами углерода в алкильном радикале, в случае, когда в качестве хлорангидрида кислоты используют указанные выше 4-замещенные 3-нитробензойные кислоты.

Целевые продукты, полученные согласно изобретению, могут быть выделены из реакционной массы любыми известными в органической химии способами. Например, фильтрацией и последующей перекристаллизацией; фильтрацией и последующей хроматографической очисткой; экстракцией, упаркой экстракта и перекристаллизацией; экстракцией и последующей хроматографической очисткой и другими.

Лучший вариант изобретения, касающийся жидкокристаллического материала с отрицательной диэлектрической ани-



- 13 -

зотропией состоит в том, что этот жидкокристаллический материал состоит из 20% вес. 4-гексилоксифенилового эфира 4-гексилокси-3-нитробензойной кислоты и 18,0% вес. *n*-бутил-*n*-гексилокси-фенилокси-карбонил-фенилкарбоната, 24,4% вес. *n*-гексилоксифенилового эфира *n*-бутилбензойной кислоты, 11,2% вес. *n*-бутилфенилового эфира *n*-гексилоксибензойной кислоты и 26,4% вес. бутил-*n*-*n*-этоксифенилоксикарбонил-фенилкарбоната. Этот материал имеет диэлектрическую анизотропию, равную - 1,61 и интервал нематической фазы от 0° до 64°C.

Согласно изобретению, жидкокристаллический материал с отрицательной диэлектрической анизотропией может содержать от 3,5% до 40,0% вес. производных фенола общей формулы I. Нижний предел /3,5% вес./ обусловлен возможностью получения жидкокристаллического материала с отрицательной диэлектрической анизотропией, имеющего значение диэлектрической анизотропии, равное или большее - 0,8. А верхний предел /40 вес. %/ обусловлен возможностью получения жидкокристаллического материала с отрицательной диэлектрической анизотропией, имеющего одновременно максимальное значение отрицательной диэлектрической анизотропии /диэлектрическая анизотропия ДА = - 10/ и температурным интервалом существования нематической мезофазы, включающим комнатные температуры.

Согласно изобретению, жидкокристаллический материал с отрицательной диэлектрической анизотропией содержит от 60 до 96,5% вес. жидкокристаллических веществ с низким значением диэлектрической анизотропии //ДА/ < 1/. В качестве этих веществ могут использоваться любые известные жидкокристаллические вещества с /ДА/ < 1, как индивидуальные так и их смеси. Например, различные жидкокристаллические 4,4'-дизамещенные основания Шиффа, азоксибензолы, фенилбензоаты, толаны и т.п. В качестве заместителей в 4-и 4'-положениях эти жидкокристаллические вещества могут содержать одинаковые или различные алкильные, алкоксильные, ацильные, ацилоксильные или алкилоксикарбонилоксильные радикалы, содержащие от 1 до 9 атомов углерода. Именно эти и подобные жидкокристаллические вещества имеют /ДА/ < 1.



Предпочтительно использовать уже композиции этих веществ, имеющие широкий температурный интервал существования нематической мезофазы, например, имеющие температуру плавления 5°C и ниже и температуру прояснения 60°C и выше.

- 5 Предлагаемый в настоящем изобретении жидкокристаллический материал с отрицательной диэлектрической анизотропией получают путем смешивания 3,5 - 40 вес.% по меньшей мере одного производного фенола, имеющего общую формулу /I/, и 96,5 - 30 вес.% жидкокристаллического вещества с
- 10 низким значением диэлектрической анизотропии / $\Delta\epsilon$ / < 1 /. Полученную смесь названных веществ нагревают до значений температуры, при которой смесь переходит в изотропное состояние, после чего названную смесь охлаждают до комнатной температуры.
- 15 Согласно изобретению, жидкокристаллический материал с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии включает жидкокристаллические вещества с диэлектрической анизотропией / $\Delta\epsilon$ / < 1 в количестве 30 + 86 вес.%, оптически активное вещество в количестве 2 - 35 вес.%
- 20 и/или одно или несколько производных фенола общей формулы I в количестве 4 + 42 вес.% и одно или несколько жидкокристаллических веществ с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии - остальное до 100 вес.%.

- 25 Пределы содержания компонентов обусловлены возможностью получения жидкокристаллического материала с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии, обладающего приемлемыми для практических целей характеристиками: $\Delta\epsilon = 2 + 8$ на низких частотах электрического поля; $\Delta\epsilon = 0$ при частоте электрического поля $f_0 = 4 + 10$ кГц;
- 30 $D = - / 2 + 8 /$ на высоких частотах электрического поля; температурный интервал нематической мезофазы, включающий комнатные температуры.

- 35 Согласно изобретению, в качестве жидкокристаллических веществ с диэлектрической анизотропией / $\Delta\epsilon$ / < 1 могут использоваться любые жидкокристаллические вещества, как индивидуальные так и их смеси, указанные выше при описании жидкокристаллических материалов с отрицательной диэлектрической анизотропией.



В качестве оптически-активных веществ могут использоваться, согласно изобретению, любые оптически активные вещества включая холестерические жидкие кристаллы, например, холестерилолеат, холестерил-о-хлорбензоат, холестерилпропионат, холестерилбутират, холестерилпентаноат, холестерилгексаноат, холестерилгептаноат, холестерил-8-октоат, холестерил-9-нонаноат, холестерилдеcanoат, холестерилundecanoат, холестерилдodecanoат, холестерилтридеcanoат, холестерилтетрадеcanoат, холестерилpentadecanoат, холестерилhexadecanoат, холестерилheptadecanoат, холестерилoctadecanoат, холестерилnonadecanoат, холестерилeicosanoат и т.п.; хиральные нематики, в том числе хиральные нематики с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии, например, п-цианфениловый эфир о-хлор - п - /п - / 2-метилбутил/-бензоилокси/- бензойной кислоты, или l-ментол.

10 Согласно изобретению, в качестве жидкокристаллических веществ с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии могут использоваться любые жидкокристаллические вещества, как индивидуальные так и их смеси, обеспечивающие получение жидкокристаллических веществ с

15 диэлектрической анизотропией $\underline{DA} = 0$ при частотах электрического поля $\underline{f_0} = 2 - 20$ кГц.

Предпочтительными являются жидкокристаллические производные фенилового эфира 4-бензоилоксибензойной кислоты, например, п-цианфениловые эфиры о-хлор-п-/п-н-алкилбензоилокси-/бензойной кислоты, содержащие в алкильном радикале 4 - 7 атомов углерода.

25. Лучший вариант выполнения изобретения в плане жидко-кристаллического материала с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии заключается в том, что жидкокристаллический материал содержит 73 % вес. смеси Е / см. таблицу 3 /, 12 % вес. 4-цианфенилового эфира 2^I-хлор-4^I-/4^{II}-гептилбензоилокси-/бензойной кислоты, 15 % вес. 4-бутоксид-2,3-динитрофенилового эфира 4-гептилбензойной кислоты.

30 Этот жидкокристаллический материал имеет диэлектрическую анизотропию, равную 4,1 при 200 гц; диэлектрическую анизотропию, равную 4,0 при 50 кгц, и диэлектрическую анизотропию, равную 0 при 10 кгц.

35 Лучший вариант выполнения способа получения жидкокристаллического материала с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии, согласно изобретению, состоит в том, что смешивают в необходимом соотношении жидко-



- 16 -

кристаллические вещества с диэлектрической анизотропией $\Delta A < 1$, к полученной смеси прибавляют необходимое количество 4-цианфенилового эфира 2^I-хлор-4^I-/4^{II}-гептилбензоилокса/-бензойной кислоты, оптически-активного вещества и/или вещества общей формулы I, имеющего диэлектрическую анизотропию $\Delta A < -15$. Полученную смесь нагревают при перемешивании до температуры перехода смеси в изотропную жидкость, после чего ее охлаждают до комнатной температуры.

10 Согласно изобретению, жидкокристаллический материал с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии может включать оптически-активное вещество от 0,1 до 35 вес.%, существует вариант, согласно настоящему изобретению, когда оптически-активное вещество отсутствует

15 в материале.

Если жидкокристаллический материал не включает оптически-активное вещество, то получают обычный жидкокристаллический материал, который используется в быстродействующих "твист"-индикаторах, работающих в режиме двухчастотной адресации.

20

Введение в состав жидкокристаллического материала с инверсией знака диэлектрической анизотропии малого количества оптически-активного вещества / 0,1 - 5% / способствует улучшению "твист" - структуры материала в индикаторе / способствует улучшению ориентации жидкокристаллического материала в индикаторе /.

25

Если же жидкокристаллический материал с инверсией знака диэлектрической анизотропии включает повышенное количество оптически-активного вещества / 5÷35% /, то он дополнительно обладает переходом из холестерического состояния в нематическое под действием электрического поля. Индикаторы на основе жидкокристаллического материала с инверсией знака диэлектрической анизотропии, включающие 5 - 35% оптически-активного вещества обладают большей информативностью.

30

35

Изобретение иллюстрируется следующими примерами.



- 17 -

Новые соединения - производные фенола общей формулы I представлены в таблице I. Способы их получения иллюстрируются примерами I - 5, жидкокристаллический материал с отрицательной диэлектрической анизотропией иллюстрируется примерами 7 - 28, а жидкокристаллический материал с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии примерами 29 - 82.

Пример 1.

0,83 г /0,005 мол/ монобутилового эфира гидрохинона растворяют в 10 мл пиридина и к полученному раствору прибавляют по каплям 1,42 г /0,005 мол/ 3-нитро-4-гексилоксибензоилхлорида, оставляют смесь при комнатной температуре на 4 часа, затем выливают в 100 мл 5%-ного раствора карбоната натрия. Выпавший осадок отфильтровывают, промывают водой до исчезновения запаха пиридина и кристаллизуют из 20 мл спирта с углем. Получают 4-н-бутилоксифениловый эфир 4-н-гексилокси-3-нитробензойной кислоты. Выход в виде белого кристаллического порошка - 0,85 г.

Результаты анализов, температуры фазовых переходов и значение диэлектрической анизотропии этого и других новых веществ общей формулы I представлены в таблице I.

Пример 2.

К раствору 0,68 г /0,05 мол/ п-пропилфенола в 10 мл безводного пиридина при перемешивании прибавляют 1,43 г /0,05 мол/ хлорангидрида 3-нитро-4-гексилоксибензойной кислоты, выдерживают 2 часа и выливают на 100 мл воды. Выпавший продукт отделяют, промывают до исчезновения запаха пиридина и дважды перекристаллизуют из смеси спирта с гептаном /1:1/. Выход п-пропилфенолового эфира 3-нитро-4-гексилоксибензойной кислоты 0,3 г. Вещество представляет собой монотропный жидкий кристалл.

Аналогично примерам 1, 2 получают другие вещества - производные фенолового эфира 3-нитробензойной кислоты /соединения I - I4, в таблице I /.

Пример 3.

В одnogорлой круглодонной колбе емкостью 25 мл с об-



- 18 -

ратным водяным холодильником кипятят 0,67 г /0,0025 моля/ 4-гексилокси-3-нитробензойной кислоты с 3 молями хлористого тионила до прекращения выделения кислых газов. По окончании реакции отгоняют избыток хлористого тионила, хлорангидрид 4-гексилокси-3-нитробензойной кислоты охлаждают и смешивают с 0,64 / 0,0025 моля / 4-бутоксид-2,3-динитрофенола в 3 мл сухого пиридина. Оставляют на 18 часов при комнатной температуре. Выливают в 50 мл воды, подкисленной соляной кислотой. Выпавший осадок фильтруют, промывают водой, 5%-ным раствором бикарбоната натрия и снова водой до нейтральной реакции. Кристаллируют из спирта. Получают 0,6 г 4-бутоксид-2,3-динитрофенилового эфира 4-гексилокси-3-нитробензойной кислоты.

В условиях аналогичных, указанным в примере 3, получают другие новые вещества - производные сложных эфиров 2,3-динитрофенола / соединения 15 - 27 в табл. I /.

Пример 4.

41,3 г /0,135 моля/ 1,4-дигептилоксибензола растворяют в 100 мл ледяной уксусной кислоты, смесь охлаждают и прикапывают к ней при перемешивании 60 мл HNO_3 / $d = 1,42$ / с такой скоростью, чтобы температура реакционной массы не поднималась выше 10 - 15°C. Выдерживают при той же температуре реакционную смесь в течение 30 мин, затем горячей водяной баней поднимают ее температуру до 30 - 35°C. Начинается разогрев реакционной массы и выделяются бурные пары окислов азота. Далее выдерживают температуру 50 - 55°C при помощи холодной водяной бани в течении 2-х часов. После охлаждения выпавшие кристаллы отфильтровывают, промывают водой, сушат на воздухе и растворяют в хлороформе. Хроматографируют на колонке с силикагелем смесью гексан-бензол /2:3/. Собирают 3 фракции, которые упаривают в вакууме до суха. Из I фракции получают 1,4-дигептилокси-2,3-динитробензол, т.пл. 110°C /соед. № 29 табл. I /.

УФ спектр /этанол/, λ макс., / $\lg \epsilon$ /: 370 нм /4,48/.

Пример 5.

2,0 г /0,01 моль / 4-амилциклогексилкарбоновой кислоты и



- 15 мл тионила хлористого кипятят 20 мин, избыток тионила хлористого отгоняют при пониженном давлении и в охлажденную до комнатной температуры реакционную смесь добавляют 2,3 г / 0,01 моль / 4-амилокси-2,3-дицианфенола в 25 г сухого пиридина и оставляют на ночь. Выливают смесь в воду, подкисляют соляной кислотой, осадок отфильтровывают и, не высушивая, перекристаллизовывают 3 раза из 100 мл этанола. Получают 2,2 г / выход 54% / 4-амилокси-2,3-дицианфенилового эфира 4-амилтрансциклогексанкарбоновой кислоты.
- 10 В условиях, аналогичных указанным в примере 5, получают другие производные 2,3-дицианфенилового эфира трансциклогексанкарбоновой кислоты / соединения 31 - 36 в табл. I /.

Пример 6.

- 15 В 150 мл метанола растворяют 6,7 г / 0,12 моля / едкого кали, 8 г / 0,05 моля / 2,3-дициангидрохинона, добавляют 16 г / 0,075 моля / гексила иодистого, кипятят 7 часов с обратным холодильником. Реакционную смесь охлаждают, разбавляют 300 мл воды подкисляют соляной кислотой, выпавший осадок отфильтровывают, растворяют при кипячении в 150 мл этилового спирта, по охлаждении отфильтровывают дигексильный эфир 2,3-дициангидрохинона. К фильтрату добавляют 75 мл воды, нагревают до полного растворения, фильтруют при 35°C. К фильтрату добавляют 200 мл воды, выпавший осадок отфильтровывают, промывают горячей водой, получают 9,2 г 4-гексилокси-2,3-дицианфенола, т.пл. 146°C.
- 20 0,97 г / 0,005 моля / 4-н-бутилоксибензойной кислоты и 2 мл хлористого тионила кипятят с обратным холодильником до прекращения выделения газов. Вносят в смесь 5 мл толуола, отгоняют растворитель при пониженном давлении. К остатку добавляют 1,22 г / 0,005 моля / 4-н-гексилокси-2,3-дицианфенола, нагревают с обратным холодильником до прекращения выделения хлористого водорода. Реакционную смесь охлаждают, разбавляют водой, отфильтровывают выпавший осадок, промывают водой, два раза перекристаллизовывают из этилового спирта, затем из гексана. Получают 1,1 г 4-н-гексилокси-2,3-дицианфенилового эфира 4-н-бутоксibenзой-
- 30
- 35



- 20 -

ной кислоты.

Аналогично примеру 6 получают другие производные
2,3-дицианфенилового эфира бензойной кислоты / соединения
37 - 51 в табл. I /.



- 2I -

Результаты анализов, температуры
анизотропия новых производных фенола

№ соеди- нения	Структурная формула	Найдено, %			Брутто- формула
		C	H	N	
1	2	3	4	5	6
I.	<chem>C6H13O-c1ccc(cc1[N+](=O)[O-])C(=O)c2ccc(cc2)OC4H9</chem>	66,5	7,0	3,1	$C_{23}H_{29}N O_6$
2	<chem>C6H13O-c1ccc(cc1[N+](=O)[O-])C(=O)c2ccc(cc2)OC</chem>	64,3	5,8	3,7	$C_{20}H_{23}N O_6$
3.	<chem>C6H13O-c1ccc(cc1[N+](=O)[O-])C(=O)c2ccc(cc2)OCC</chem>	65,2	6,3	3,7	$C_{21}H_{25}N O_6$
IO	4. <chem>C6H13O-c1ccc(cc1[N+](=O)[O-])C(=O)c2ccc(cc2)OCC</chem>	65,3	6,8	3,3	$C_{22}H_{27}N O_6$
	5. <chem>C6H13O-c1ccc(cc1[N+](=O)[O-])C(=O)c2ccc(cc2)OCC</chem>	67,4	7,4	3,2	$C_{24}H_{31}N O_6$
	6. <chem>C6H13O-c1ccc(cc1[N+](=O)[O-])C(=O)c2ccc(cc2)OCC</chem>	68,1	7,5	3,3	$C_{25}H_{33}N O_6$
	7. <chem>C6H13O-c1ccc(cc1[N+](=O)[O-])C(=O)c2ccc(cc2)OCC</chem>	68,0	7,7	3,0	$C_{26}H_{35}N O_6$
	8. <chem>C6H13O-c1ccc(cc1[N+](=O)[O-])C(=O)c2ccc(cc2)OCC</chem>	68,5	7,7	2,9	$C_{27}H_{37}N O_6$
I5	9. <chem>C6H13O-c1ccc(cc1[N+](=O)[O-])C(=O)c2ccc(cc2)C</chem>	68,5	6,8	3,8	$C_{22}H_{27}N O_5$
	10. <chem>C6H13O-c1ccc(cc1[N+](=O)[O-])C(=O)c2ccc(cc2)C</chem>	69,5	7,3	3,6	$C_{23}H_{29}N O_5$
	11. <chem>C5H11O-c1ccc(cc1[N+](=O)[O-])C(=O)c2ccc(cc2)OCC</chem>	69,6	7,5	3,5	$C_{24}H_{31}O_5 N$
	12. <chem>C5H11O-c1ccc(cc1[N+](=O)[O-])C(=O)c2ccc(cc2)OCC</chem>	70,5	8,1	3,3	$C_{26}H_{35}O_5 N$
	13. <chem>C6H13O-c1ccc(cc1[N+](=O)[O-])C(=O)c2ccc(cc2)OCC</chem>	66,2	8,0	2,6	$C_{29}H_{41}N O_6$
20	14. <chem>C6H13O-c1ccc(cc1[N+](=O)[O-])C(=O)c2ccc(cc2)OCC</chem>	67,3	7,2	3,3	$C_{24}H_{31}N O_6$
	15. <chem>CCc1ccc(cc1)C(=O)c2ccc(cc2[N+](=O)[O-])[N+](=O)[O-]</chem>	57,8	4,9	7,5	$C_{18}H_{18}N_2 O_7$



Таблица I

фазовых переходов и мнимая диэлектрическая

5	Вычислено, %			Температуры фазовых переходов, °C			DA	Выход, %
	C	H	N					
	T _S	T _N	T _i					
	7	8	9	10	11	12	13	14
	66,5	7,0	3,4	51,4		62,3	-7,9	29,1
	64,3	6,2	3,8			67,0	-7,6	37,8
10	65,1	6,6	3,6	[47,2]		64,6	-7,5	46,8
	65,8	6,8	3,5	[45,0]		51,2	-8,0	26,9
	67,1	7,3	3,3	45,8		66,6	-7,9	38,8
	67,7	7,5	3,2	36,4		69,8	-8,2	18,2
	68,2	7,7	3,1	30,2		70,8	-8,5	7,8
15	68,8	7,9	3,0	33,4		75,6	-8,4	20,2
	68,6	7,1	3,6	[45]		51,2	-7,2	15,6
	68,2	7,3	3,5	[33]		50,6	-8,1	25,1
	69,4	7,5	3,4			32	-7,0	
	70,7	8,0	3,2			29,4	-6,9	
20	69,7	8,3	2,8	41,2	75,6	77,4	-7,8	
	67,1	7,3	3,3	[62,6]		63,4	-8,2	
	57,5	4,7	7,3			143	-20	



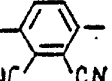
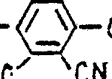
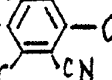
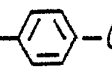
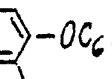
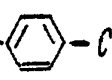
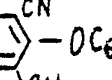
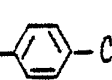
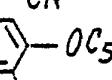
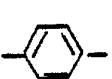
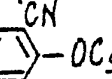
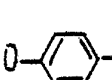
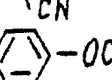
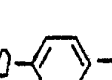
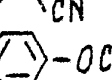
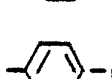
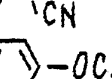
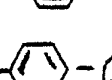
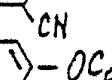
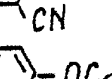
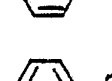
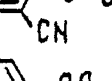
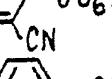
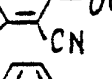
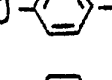
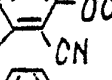
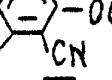
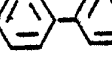
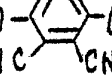
	I	2	3	4	5	6
I6.			62,9	6,6	6,I	C ₂₄ H ₃₀ N ₂ O ₇
I7.			60,I	6,4	5,9	C ₂₄ H ₃₀ N ₂ O ₈
5 I8.			64,5	6,7	5,7	C ₂₆ H ₃₂ N ₂ O ₇
I9.			60,3	5,7	6,I	C ₂₃ H ₂₆ N ₂ O ₈
20.			42,3	4,7	9,4	C ₁₂ H ₁₄ N ₂ O ₇
2I.			58,9	5,6	8,9	C ₂₀ H ₂₇ N ₃ O ₈
22.			66,8	7,3	5,8	C ₂₇ H ₃₆ N ₂ O ₆
IO 23.			66,I	5,3	5,6	C ₂₈ H ₃₉ N ₂ O ₇
24.			64,6	5,7	4,7	C ₃₇ H ₃₄ N ₂ O ₉
25.			60,6	6,I	4,2	C _{3I} H ₃₃ ClN ₂ O ₉
26.			54,2	5,7	8,3	C ₂₈ H ₂₇ N ₃ O ₁₀
27.			57,8	6,0	8,6	C ₂₈ H ₂₉ N ₃ O ₈
I5 28.			48,9	5,4	10,5	C _{II} H ₁₄ N ₂ O ₆
29.					6,9	C ₂₀ H ₃₂ N ₂ O ₆
30.					7,I	C ₂₄ H ₂₇ N ₂ O ₃
3I.					7,I	C ₂₃ H ₂₅ N ₂ O ₃
32.					8,I	C _{2I} H _{2I} N ₂ O ₃
20 33.					6,8	C ₂₅ H ₂₉ N ₂ O ₃

- 24 -

продолжение табл. I

	7	8	9	10	11	12	13	14
	62,8	6,4	6,0			58	-18	40,8
	60,7	6,2	5,7			81,5	-18	36,9
5	64,6	6,5	5,6			93	-16,5	21,7
	60,1	5,5	6,2			114	-18	27,5
	42,3	4,6	9,2			85	-14	26,9
	59,4	5,6	8,7			164	-19,5	
	66,9	7,5	5,8			44	-19	
10	66,4	6,0	5,5		103	134	-20	
	64,5	6,0	4,8		80	170	-6	
	60,7	5,4	4,5		96	119	-7	
	54,6	5,4	8,3			141	-16,5	46,8
	58,1	6,2	8,8			68	-13	
15	48,9	5,2	10,4			122	-21	
			7,1			40	-21,5	
			7,2		[68]	86		
			7,4	80		92		
			8,0		[56]	120		
20			6,8		[77]	96		54



	I	2	3	4	5	6
	34.	C_5H_{11} -  -COO-  -OC ₉ H ₁₁	-	-	6,3	$C_{29}H_{37}N_2O_3$
	35.	C_6H_{13} -  -COO-  -OC ₅ H ₁₁	-	-	6,8	$C_{26}H_{31}N_2O_3$
	36.	C_7H_{15} -  -COO-  -OC ₅ H ₁₁	-	-	6,3	$C_{27}H_{33}N_2O_3$
5	37.	C_5H_{11} -  -COO-  -OC ₆ H ₁₃	-	-	6,8	$C_{26}H_{30}N_2O_3$
	38.	C_7H_{15} -  -COO-  -OC ₆ H ₁₃	-	-	6,2	$C_{28}H_{34}N_2O_3$
	39.	C_8H_{17} -  -COO-  -OC ₅ H ₁₁	-	-	6,1	$C_{29}H_{36}N_2O_3$
	40.	C_4H_9O -  -COO-  -OC ₅ H ₁₁	-	-	6,8	$C_{24}H_{26}N_2O_4$
	4I.	$C_6H_{13}O$ -  -COO-  -OC ₅ H ₁₁	-	-	6,4	$C_{26}H_{30}N_2O_4$
IO	42.	$C_7H_{15}O$ -  -COO-  -OC ₅ H ₁₁	-	-	6,2	$C_{27}H_{30}N_2O_4$
	43.	$C_8H_{17}O$ -  -COO-  -OC ₅ H ₁₁	-	-	6,0	$C_{28}H_{32}N_2O_4$
	44.	C_4H_9O -  -COO-  -OC ₆ H ₁₃	-	-	6,5	$C_{25}H_{28}N_2O_4$
	45.	$C_5H_{11}O$ -  -COO-  -OC ₆ H ₁₃	-	-	6,2	$C_{26}H_{30}N_2O_4$
	46.	$C_6H_{13}O$ -  -COO-  -OC ₆ H ₁₃	-	-	6,2	$C_{27}H_{32}N_2O_4$
I5	47.	$C_7H_{15}O$ -  -COO-  -OC ₆ H ₁₃	-	-	5,8	$C_{28}H_{34}N_2O_4$
	48.	$C_8H_{17}O$ -  -COO-  -OC ₆ H ₁₃	-	-	6,0	$C_{29}H_{36}N_2O_4$
	49.	$C_9H_{19}O$ -  -COO-  -OC ₉ H ₁₉	-	-	5,0	$C_{33}H_{44}N_2O_4$
	50.	C_7H_{15} -  -COO-  -OC ₄ H ₉	-	-	5,2	$C_{34}H_{34}N_2O_3$
5I.		C_4H_9 -  -COO-  -OC ₅ H ₁₁	I2,4	6,6	6,9	$C_{24}H_{26}N_2O_3$

- 26 -

продолжение табл. I.

	7	8	9	10	11	12	13	14
	-	-	6,1	84		97		
	-	-	6,7	-	[72]	92		
5	-	-	6,5	-	[80]	90		
	-	-	6,9	-	[12]	99		
	-	-	6,3	-	[17]	91,5		
	-	-	6,3	-	[10]	80,0		
	-	-	6,9	-	[36]	98		
10	-	-	6,5	-	[34]	89,5		
	-	-	6,3	-	[44]	88,5		
	-	-	6,1	-	[52]	88,0		
	-	-	6,7	-	[42]	100,5		
	-	-	6,5	-	[41]	94,5		
15	-	-	6,3	-	[52]	97,5		
	-	-	6,1	-	[52]	93,0		
	-	-	5,9	-	[53]	93,5		
	-	-	5,3	-	-	80		
	-	-	5,4	-	-	143	-14	
20	73,8	6,7	7,1	-	-	75	-23	



- 27 -

В примерах 7 - 28 /табл.2/ в качестве жидкокристаллических веществ диэлектрической анизотропией $\Delta\epsilon/\epsilon_0$ используются смеси А, В, С, D и некоторые известные жидкокристаллические соединения, состав и характеристики смесей приведены ниже.

5 Смесь А, состоящая из 22,5 вес.% н-бутил-п/п-гексилокси-фенилоксикарбонил/-фенилкарбоната, 30,5 вес.% п-гексилоксифенилового эфира п-бутилбензойной кислоты, 14,0 вес.% п-бутилфенилового эфира п-гексилоксибензойной кислоты и 10 33,0 вес.% бутил-п-/п-этоксифенилоксикарбонил/фенилкарбоната, имеет $\Delta\epsilon = 0,05$ и интервал нематической мезофазы от $-1,5$ до 62°C .

Смесь В, состоящая из 28,5 вес.% п-бутил-п^I-метоксиазоксибензола, 32 вес.% п-бутил-п^I-гептаноилоксиазоксибензола, 23,5 вес.% бутил-п-/п-гексилоксифенилоксикарбонил/фенилкарбоната и 16,0 вес.% бутил-п-/п-этоксифенилоксикарбонил/фенилкарбоната, имеет $\Delta\epsilon = -0,3$ и интервал нематической мезофазы от ~ -5 до 78°C .

Смесь С, состоящая из 66,7 вес.% п-метокси-п^I-бутилазоксибензола и 33,3 вес.% п-бутил-п^I-гептаноилоксиазоксибензола, имеет $\Delta\epsilon = -0,4$ и интервал нематической мезофазы от -5 до $+77^\circ\text{C}$.

Смесь D, состоящая из 24 вес.% 4-метокси-4^I-гептилтолана, 31,5 вес.% 4^I-амилокси-4-амилтолана, 29,5 вес.% 25 4-этоксифенилокси-4^I-октилтолана и 15 вес.% 4-метокси-4^I-амилтолана, имеет $\Delta\epsilon = +0,11$.

Пример 7.

К 80 г смеси А, состав которой указан выше, прибавляют 20 г 4-гексилоксифенилового эфира 4-гексилокси-3-30 нитробензойной кислоты и нагревают полученную смесь при перемешивании до температуры 65°C , после чего охлаждают до комнатной температуры. Полученный материал готов к использованию и имеет диэлектрическую анизотропию $\Delta\epsilon = -1,61$.

35 В условиях, аналогичных указанным в примере 7, получают жидкокристаллические материалы, состав и диэлектрическая анизотропия которых представлена в таблице 2.



- 28 -

Таблица 2

Жидкокристаллический материал, имеющий отрицательную диэлектрическую анизотропию

№ при- мера :		Состав : жидкокристаллического материала :		:	
		Компонент		: % вес:	
I	:	2	:	3	4
7		Смесь А		80	-1,6I
I0		$C_6H_{13}O-\text{C}_6H_4(O_2N)-COO-\text{C}_6H_4-OC_6H_{13}$		20	
8		Смесь А		60	-3,17
		$C_6H_{13}O-\text{C}_6H_4(O_2N)-COO-\text{C}_6H_4-OC_6H_{13}$		40	
9		Смесь В		90	
I5		$C_6H_{13}O-\text{C}_6H_4(O_2N)-COO-\text{C}_6H_4-OC_4H_9$		10	-1,16
I0		Смесь В		70	-3,2I
		$C_6H_{13}O-\text{C}_6H_4(O_2N)-COO-\text{C}_6H_4-OC_4H_9$		30	
20	II	$CH_3O-\text{C}_6H_4-CH=N-\text{C}_6H_4-C_4H_9$		95	-0,95
		$C_6H_{13}O-\text{C}_6H_4(O_2N)-COO-\text{C}_6H_4-OC_8H_{17}$		5	

- 29 -

I :		2	:	3	:	4
	I2	<chem>COc1ccc(C=Nc2ccc(C)cc2)cc1</chem>	80			
		<chem>CCCCOC(=O)c1ccc(OC)cc1</chem>	20			-2,14
5	I3	Смесь С	95			-I,5
		<chem>CCCCOc1cc([N+](=O)[O-])cc([N+](=O)[O-])cc1OC</chem>	5			
10	I4	Смесь А	90			-I,3
		<chem>CC(=O)Oc1cc([N+](=O)[O-])cc([N+](=O)[O-])cc1OC</chem>	10			
	I5	Смесь В	90			-2,7
		<chem>CCCCOC(=O)c1cc([N+](=O)[O-])cc([N+](=O)[O-])cc1OC</chem>	10			
15	I6	Смесь С	90			-3,1
		<chem>CCCCOc1cc([N+](=O)[O-])cc([N+](=O)[O-])cc1OC</chem>	10			
	I7	Смесь С	85			-4,2
		<chem>CCCCOc1cc([N+](=O)[O-])cc([N+](=O)[O-])cc1OC</chem>	15			

- 30 -

I :		2	:	3 :	4
I8	Смесь С	<chem>CCCCCc1ccc(cc1)C(=O)Oc2cc([N+](=O)[O-])cc2OC(C)CC</chem>	90		
					-2,2
5	I9 Смесь С	<chem>CCCCCc1ccc(cc1)C(=O)Oc2cc([N+](=O)[O-])cc2OC(C)CC</chem>	85		
					-3,0
I0	20 Смесь С	<chem>CCCCCc1ccc(cc1)C(=O)Oc2cc([N+](=O)[O-])cc2OC(C)CC</chem>	60		
					-7,0
	2I Смесь С	<chem>CCCCCc1ccc(cc1)C(=O)Oc2cc([N+](=O)[O-])cc2OC(C)CC</chem>	90		
					- 2,2
I5	22 Смесь С	<chem>CCCCOc1ccc(cc1)/C=C/C(=O)Oc2cc([N+](=O)[O-])cc2OC(C)CC</chem>	90		
					-2,2
	23 Смесь С	<chem>CCCCCc1ccc(cc1)/C=C/C(=O)Oc2cc([N+](=O)[O-])cc2OC(C)CC</chem>	90		
					-2,I

- 3I -

I:		2	:	3	:	4
24	Смесь C			80		-3,8
		<chem>CCCCCc1ccc(cc1)/C=C/C(=O)c2ccc(cc2)[N+](=O)[O-]</chem>		20		
5	25 Смесь C			94,8		-1,5
		<chem>COc1ccc(cc1)[N+](=O)[O-]</chem>		5,2		
	26 Смесь D.			95		-0,8
10		<chem>CCCCCc1ccc(cc1)/C=C/C(=O)c2ccc(cc2)C#N</chem>		5		
	27 Смесь B			90		-2,1
		<chem>CCCCOc1ccc(cc1)C(=O)c2ccc(cc2)C#N</chem>		10		
	28	<chem>COc1ccc(cc1)C#Cc2ccc(cc2)CCCCC</chem>		42		
15		<chem>CCOC1=CC=CC=C1C#CC2=CC=CC=C2CCCCC</chem>		43		-0,92
		<chem>CCCCOc1ccc(cc1)C(=O)c2ccc(cc2)C#N</chem>		5		

- 32 -

В примерах 29-79 в качестве веществ с низким значением диэлектрической анизотропии используется смесь А и С, а также смеси Е и F, состав и характеристики которых приведены ниже.

- 5 Смесь Е, состоящая из 4I, I5 вес.% 4-гексилокси-
фенилового эфира 4-бутилбензойной кислоты, I5,50 вес.%
4-бутилфенилового эфира 4-гексилбензойной кислоты,
7,85 вес.% 4-амилфенилового эфира 4-метоксибензойной ки-
слоты и 35,50 вес.% бутил-4-/4^I-гексилоксибензилоксикар-
10 бонил/-фенилкарбоната, имеет диэлектрическую анизотропию
DA=-0,1, температурный интервал существования нематичес-
кой мезофазы от -5 до +56,5°C.

- Смесь F, состоящая из 30 вес.% 4-гексилоксифенило-
вого эфира 4-бутилбензойной кислоты, 23,7 вес.% 4-бутил-
15 -4^I-этокситолана, I9,6 вес.% 4-амил-4-метокситолана и
26,7 вес.% 4-октил-4^I-этокситолана. DA ~ 0.

Пример 29.

- 80,75 г смеси С, состав которой указан выше I4,25г
4-цианфенилового эфира 2-хлор-4-/4^I-гептилбензоилокси/-
20 -бензойной кислоты и 5,00 г 4-н-амилокси-2,3-дицианфе-
нилового эфира 4-н-амилоксибензойной кислоты нагревают
при перемешивании до 90°C и охлаждают до комнатной тем-
пературы. Характеристики полученного жидкокристалличес-
кого материала и других жидкокристаллических материалов
25 с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизо-
тропии приведены в табл.3.

В условиях, аналогичных указанным в примере 29, по-
лучают жидкокристаллические материалы других составов
/табл.3-5/.

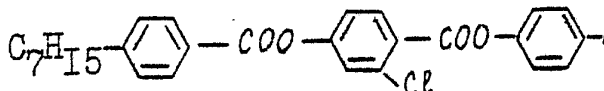
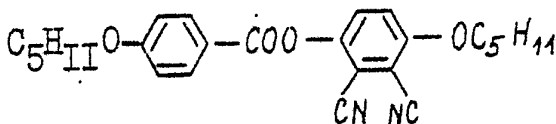
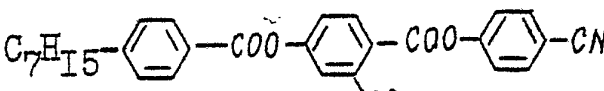
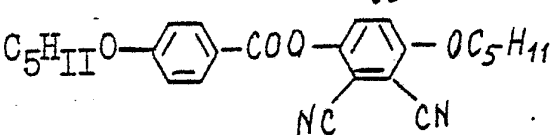
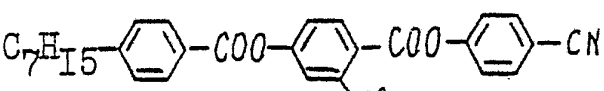
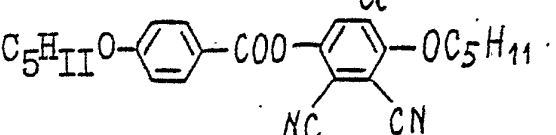
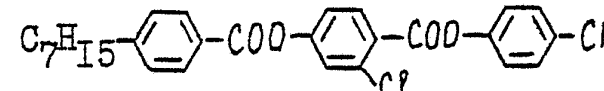
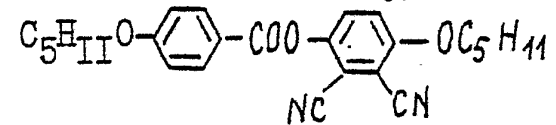
30

Таблица 3

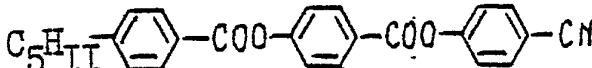
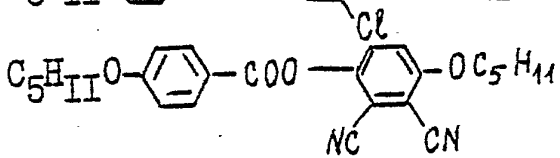
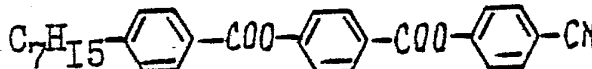
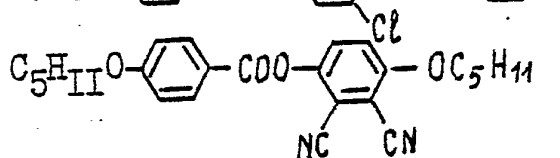
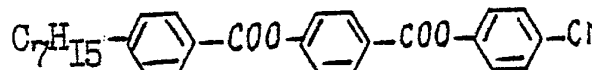
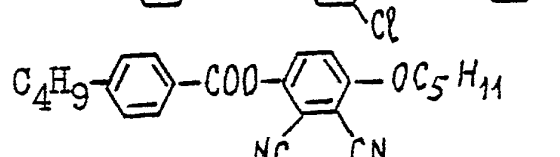
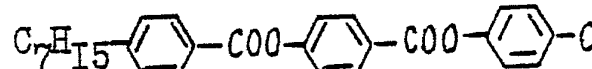
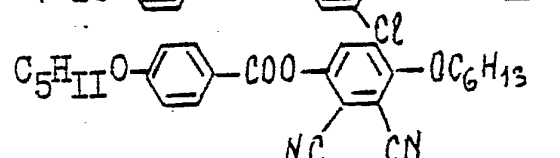
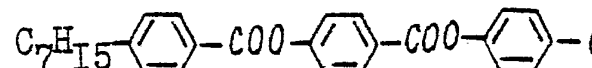
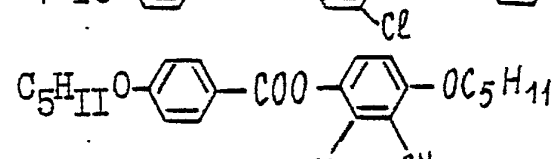
Состав и характеристики жидкокристаллических ма-
териалов с низкочастотной инверсией знака диэле-
ктрической анизотропии



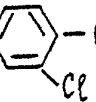
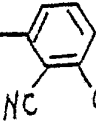
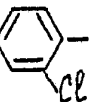
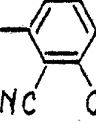
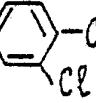
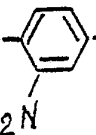
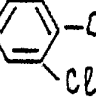
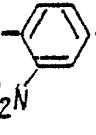
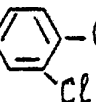
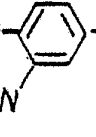
- 33 -

№ при- ме- ра	Компоне н т	Содер- жание компо- нента, % вес.	Диэлектричес- кая анизотро- пия		Ча- сто- та эле- ктри- чес- кого поля /кГц/ при кото- рой ΔA=0
			при 150 Гц	при 50 кГц	
I	2	3	4	5	6
29	Смесь В	80,75			
		14,25	4,3	-2,4	8
		5,00			
30	Смесь В	72,00			
		18,00	5,2	-4,0	6,0
		10,00			
31	Смесь В	76,36			
		14,54	3,6	-3,6	9,0
		9,10			
32	Смесь В	85,50			
		9,50	2,3	-2,2	9,0
		5,00			

- 34 -

	I	2	3	4	5	6
33	Смесь Е		69,0			
			18,0	7,0	-4,7	5,0
			13,0			
5	34 Смесь А		76,0			
			12,0	2,9	-3,2	7,0
			12,0			
	35 Смесь Е		68,0			
			18,0	7,1	-4,6	5,0
10			13,0			
	36 Смесь Е		72,0			
			18,0	7,5	-3,8	7,0
			10,0			
	37 Смесь Е		86,0			
15			9,0	3,3	-2,1	10
			5,0			

- 35 -

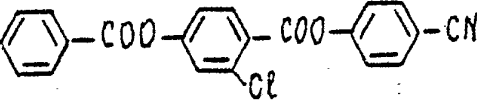
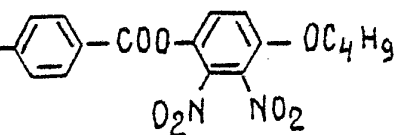
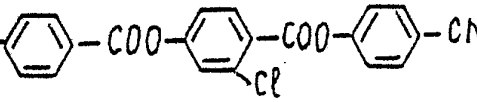
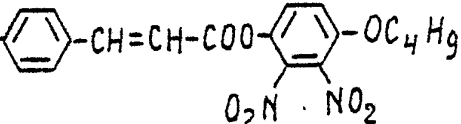
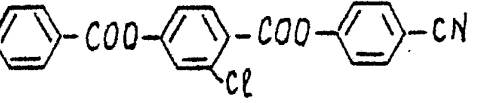
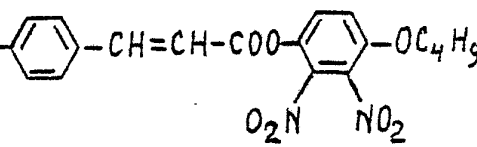
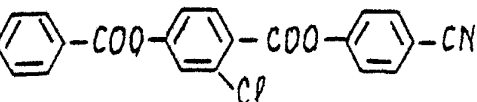
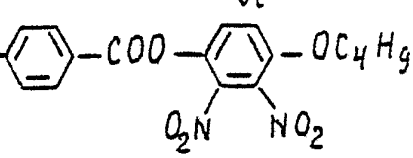
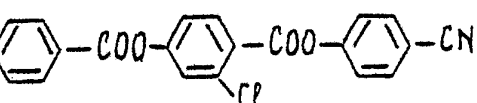
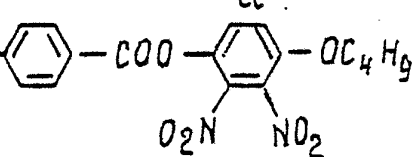
	I	2	3	4	5	6
38	Смесь Е		70,0			
	C_7H_{15} -  -COO-  -COO-  -CN	15,0	4,6	-5,5	4,8	
	$C_5H_{11}O$ -  -COO-  -OC ₅ H ₁₁	15,0				
5	39 Смесь А		75,0			
	C_7H_{15} -  -COO-  -COO-  -CN	15,0	5,6	-4,0	7,0	
	$C_5H_{11}O$ -  -COO-  -OC ₅ H ₁₁	10,0				
40	Смесь А		69,0			
	C_7H_{15} -  -COO-  -COO-  -CN	18,0	7,6	-2,7	10	
10	$C_6H_{13}O$ -  -COO-  -OC ₄ H ₉	13,0				
41	Смесь Е		73,0			
	C_5H_{11} -  -COO-  -COO-  -CN	12,0	4,4	-2,6	9,0	
	$C_6H_{13}O$ -  -COO-  -OC ₄ H ₉	15,0				
42	Смесь А		72,0			
15	C_7H_{15} -  -COO-  -COO-  -CN	10,0	2,0	-3,8	6,0	
	$C_6H_{13}O$ -  -COO-  -OC ₄ H ₉	28,0				

- 36 -

1	2	3	4	5	6
43 Смесь А	$\begin{array}{c} \text{C}_7\text{H}_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CN} \\ \text{C}_6\text{H}_{13}\text{O}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{OC}_4\text{H}_9 \end{array}$	15,0 13,0	6,1	-3,0	7,0
5 44 Смесь А	$\begin{array}{c} \text{C}_7\text{H}_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CN} \\ \text{C}_6\text{H}_{13}\text{O}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{OC}_6\text{H}_{13} \end{array}$	64,0 12,0 24,0	3,5	-3,6	7,0
45 Смесь А	$\begin{array}{c} \text{C}_7\text{H}_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CN} \\ \text{C}_6\text{H}_{13}\text{O}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{OC}_6\text{H}_{13} \end{array}$	37,0 21,0 42,0	5,1	-5,6	4,5
10	$\begin{array}{c} \text{C}_7\text{H}_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CN} \\ \text{C}_6\text{H}_{13}\text{O}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{OC}_6\text{H}_{13} \end{array}$	42,0			
46 Смесь Е	$\begin{array}{c} \text{C}_7\text{H}_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CN} \\ \text{C}_7\text{H}_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2-\text{OC}_4\text{H}_9 \end{array}$	73,0 12,0 15,0	4,1	-4,0	10,0
47 Смесь Е	$\begin{array}{c} \text{C}_7\text{H}_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CN} \\ \text{C}_7\text{H}_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}=\text{CH}-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2-\text{OC}_4\text{H}_9 \end{array}$	67,0 18,0 15,0	4,7	-4,0	7,5



- 37 -

I		2	3	4	5	6
48	Смесь Е		78,0			
	$C_{15}H_{11}$ - 	12,0	2,5	-2,8	9,0	
	$C_{15}H_{11}$ - 	10,0				
49	Смесь Е		72,0			
5	$C_{15}H_{11}$ - 	15,0	3,6	-3,6	9,5	
	$C_{15}H_{11}$ - 	13,0				
50	Смесь С		72,0			
	$C_{15}H_{11}$ - 	13,0	4,5	-3,7	7,0	
	$C_{15}H_{11}$ - 	15,0				
10	51 Смесь С		72,0			
	$C_{15}H_{11}$ - 	13,0	4,3	-3,9	7,0	
	$C_{15}H_{11}$ - 	15,0				
52	Смесь С		80,0			
	$C_{15}H_{11}$ - 	10,0	4,5	-2,7	6,0	
15	$C_{15}H_{11}$ - 	10,0				



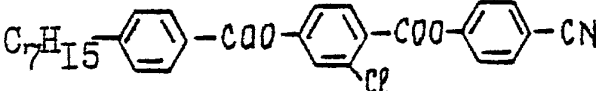
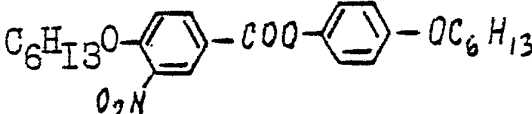
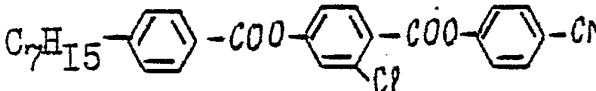
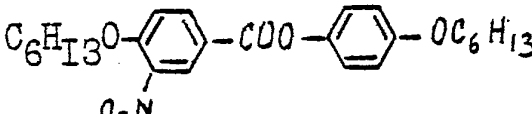
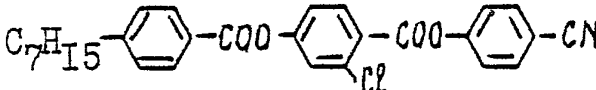
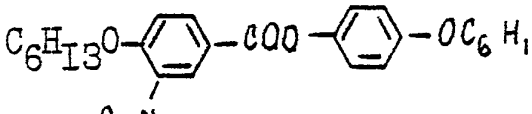
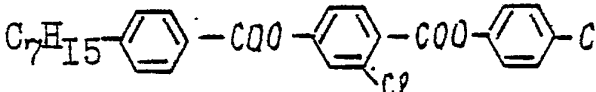
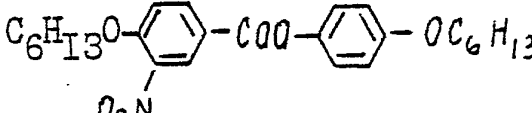
- 38 -

I	2	3	4	5	6
53	Смесь С	63,0			
	$\text{C}_7\text{H}_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CN}$	17,0	6,6	-5,1	5,0
	$\text{C}_7\text{H}_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2-\text{OC}_4\text{H}_9$	20,0			
5	54 Смесь Е	72,0			
	$\text{C}_7\text{H}_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CN}$	15,0	3,5	-3,7	7,0
	$\text{C}_7\text{H}_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2-\text{OC}_4\text{H}_9$	13,0			
55	Смесь Е	72,0			
	$\text{C}_7\text{H}_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CN}$	15,0	3,5	-4,0	5,0
10	$\text{C}_7\text{H}_9\text{O}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}=\text{CH}-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2-\text{OC}_4\text{H}_9$	13,0			
56	Смесь С	61,0			
	$\text{C}_7\text{H}_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CN}$	17,0	6,7	-5,7	6,0
	$\text{C}_7\text{H}_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2-\text{OC}_4\text{H}_9$	22,0			
57	Смесь С	55,0			
15	$\text{C}_7\text{H}_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CN}$	20,0	8,1	-6,3	5,5
	$\text{C}_7\text{H}_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2-\text{OC}_4\text{H}_9$	25,0			

- 39 -

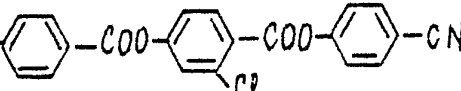
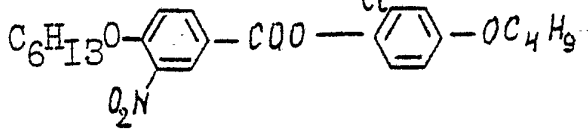
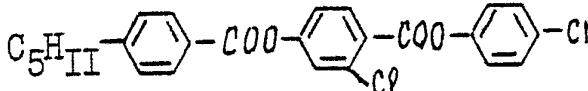
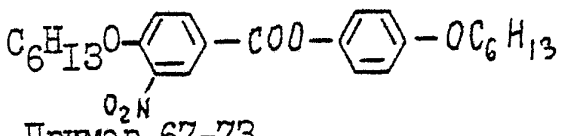
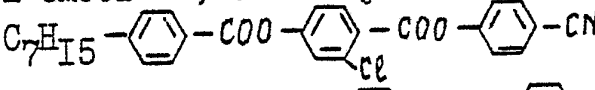
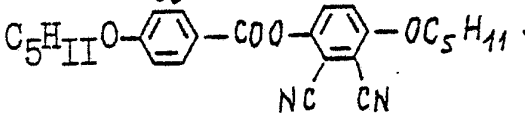
I	2	3	4	5	6
58	$C_5H_{11}-\text{C}_6\text{H}_4-C\equiv C-\text{C}_6\text{H}_4-OC_5H_{11}$ (соединение А')	15,2			
	$C_7H_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-C\equiv C-\text{C}_6\text{H}_4-OC_3H_7$ (соединение В')	12,6			
	$C_7H_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-C\equiv C-\text{C}_6\text{H}_4-OC_3H_7$ (соединение С')	12,2	4,1	-3,7	7,5
5	$C_7H_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-COO-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-COO-\text{C}_6\text{H}_4-CN$	40,0			
	$C_6H_{13}O-\text{C}_6\text{H}_3(\text{O}_2\text{N})-COO-\text{C}_6\text{H}_4-OC_6H_{13}$	20,0			
59	соединение А'	19,0			
	соединение В'	15,7			
	соединение С'	15,3			
10	$C_7H_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-COO-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-COO-\text{C}_6\text{H}_4-CN$	35,0	3,8	-3,7	7,1
	$C_6H_{13}O-\text{C}_6\text{H}_3(\text{O}_2\text{N})-COO-\text{C}_6\text{H}_4-OC_6H_{13}$	15,0			
60	соединение А'	20,9			
	соединение В'	17,3			
	соединение С'	16,8			
15	$C_7H_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-COO-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-COO-\text{C}_6\text{H}_4-CN$	32,0	3,7	-3,2	7,0
	$C_6H_{13}O-\text{C}_6\text{H}_3(\text{O}_2\text{N})-COO-\text{C}_6\text{H}_4-OC_6H_{13}$	13,0			

- 40 -

I		2	3	4	5	6
6I	соединение A'		22,8			
	соединение B'		18,9			
	соединение C'		18,3			
5			28,0	3,5	-3,1	6,9
			12,0			
62	соединение A'		25,0			
	соединение B'		20,0			
	соединение C'		20,0	3,1	-3,6	6,8
10			25,0			
			15,0			
63	соединение A'		10,0			
	соединение B'		10,0			
	соединение C'		10,0	4,2	-3,8	8,9
15			45,0			
			25,0			
64	соединение A'		15,2			
	соединение B'		12,2			
	соединение C'		12,6	4,1	-3,7	7,5
20			40,0			
			20,0			



- 4I -

	1	2	3	4	5	6
65	соединения А'		15,2			
	соединение В'		12,2			
	соединение С'		12,6			
5	C_7H_{15} - 		40,0	3,9	-4,5	6,0
	$C_6H_{13}O$ - 		20,0			
66	соединение А'		15,2			
	соединение В'		12,2			
	соединение С'		12,6			
10	C_5H_{11} - 		40,0	4,9	-3,3	9,0
	$C_6H_{13}O$ - 		20,0			
	<u>Пример 67-73.</u>					
15	Жидкокристаллический материал получают в условиях, аналогичных указанным в примере 29, используя смесь F и смесь G, состоящую из 56 вес.% C_7H_{15} -  и 44 вес.% $C_5H_{11}O$ -  .					

Соотношение компонентов и свойства жидкокристаллического материала приведены в табл.4

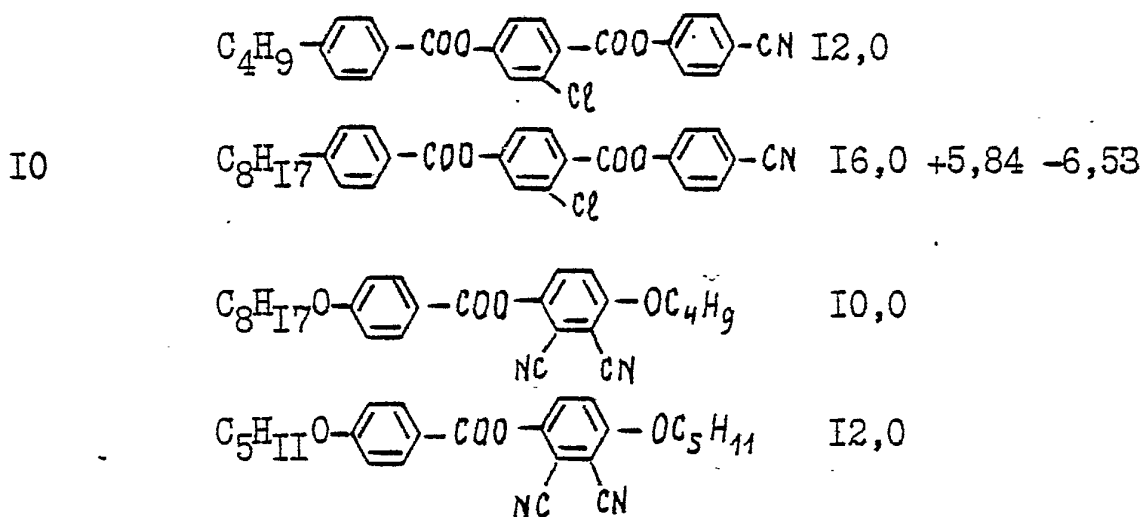
20	Таблица 4.					
	№ при- мера	К о м п о н е н т	Содержа- ние ком- понента, вес. %	Диэлектричес- кая анизотро- пия	кгц	
				1 кгц	200кгц	
25	1	2	3	4	5	6
	67.	смесь F	85			
		смесь G	15	+1,52	-1,69	18,0



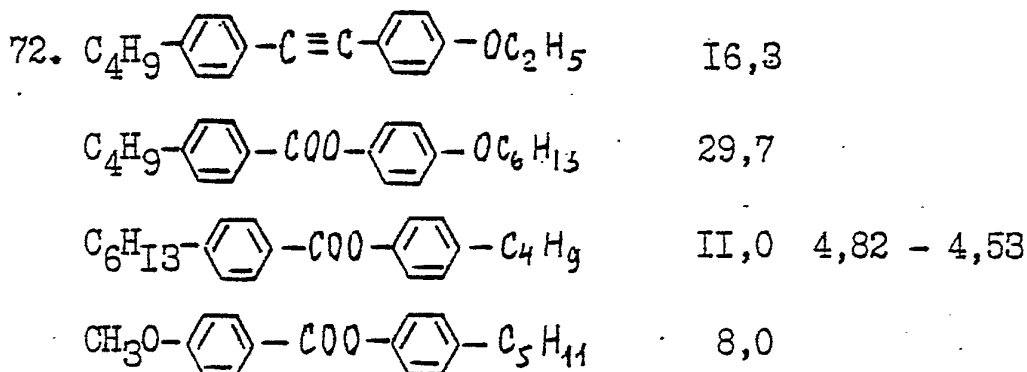
- 42 -

I	2	3	4	5	6
68	смесь F	75			
	смесь G	25	+2,14	-2,13	15,5
69	смесь F	70			
5	смесь G	30	+3,11	-2,92	16,0
70	смесь F	60			
	смесь G	40	+4,35	-4,80	16,0

71 смесь F 50,0

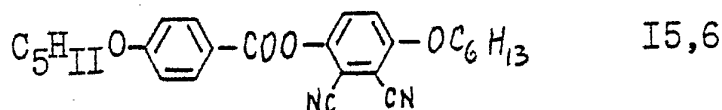
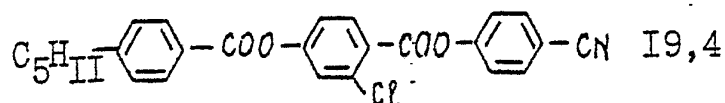


15 $T_{C-N} = 9,0^\circ$, $T_{N-1} = 79^\circ$; Времена переключения электрооптической ячейки с данным материалом при 50 в - - 0,5 мсек.

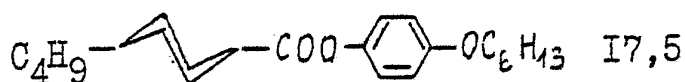
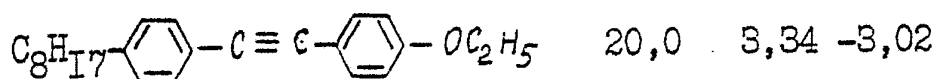
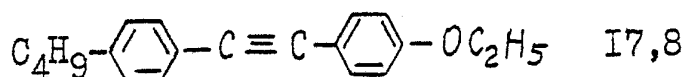
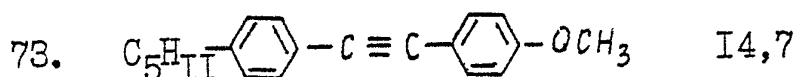


- 43 -

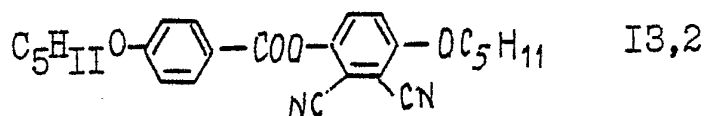
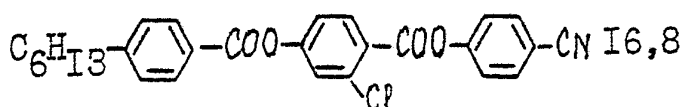
I	2	3	4	5	6
---	---	---	---	---	---



5 $T_{\text{C-N}} = 4,6^\circ$ $T_{\text{N-I}} = 63^\circ$. Времена переключения электро-оптической ячейки с данным материалом при 75В-0,5 мсек



10



$T_{\text{C-N}} = -2^\circ$, $T_{\text{N-I}} = 69^\circ$; Времена переключения электро-оптической ячейки с данным материалом при 60В-0,5 мсек.

Примеры 74-79.

15

Жидкокристаллические материалы получают в условиях, аналогичных указанным в примере I. Составы и характеристики этих материалов представлены в таблице 5.



Таблица 5.

№ при- мера	Компоне н т	Содержание компонента	ε_a	
			100гн	50кгн
I	2	3	4	5
5	74 Смесь С	47,7		
	$\text{C}_7\text{H}_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH II},8$		3,2	-2,2
	$\text{C}_5\text{H}_{11}\text{O}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{NC})(\text{CN})-\text{OC}_5\text{H}_{11}$	6,5		
	холестерилолеат	35,0		
10	75 Смесь С	39,6		
	$\text{C}_7\text{H}_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CN} 9,9$		3,0	-2,5
	$\text{C}_5\text{H}_{11}\text{O}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{NC})(\text{CN})-\text{OC}_5\text{H}_{11}$	5,5		
	холестерилолеилкарбонат	45,0		
15	76 Смесь А	63,44		
	$\text{C}_7\text{H}_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CN} 6,64$		2,6	-1,8
	$\text{C}_5\text{H}_{11}\text{O}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{NC})(\text{CN})-\text{OC}_5\text{H}_{11}$	4,80		
	холестерилхлорид	25,12		
20	77 Смесь Е	68,4		
	$\text{C}_7\text{H}_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CN} 17,1$		5,0	-3,6
	$\text{C}_5\text{H}_{11}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{NC})(\text{CN})-\text{OC}_5\text{H}_{11}$	9,5		
	l-ментол	5,0		

— 45 —

Таблица 5

кгц f	Пороговое поле перехода из конфокальной текстуры в нематическую E_{X-H} В/см	T_{N-I}
6	7	8

10	$1,0 \cdot 10^5$	69
----	------------------	----

10,8	$1,5 \cdot 10^5$	59
------	------------------	----

11,0	$2 \cdot 10^5$	71
------	----------------	----

6,5	$1 \cdot 10^4$	75
-----	----------------	----



- 46 -

I	2	3	4	5
78 Смесь E		75,9		
$\text{C}_7\text{H}_{15}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CN}$		12,0	2,9	-3,2
$\text{C}_5\text{H}_{11}\text{O}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{NC})_2-\text{OC}_5\text{H}_{11}$		12,0		
холестерилолеат		0,1		
79 Смесь E		69,0		
$\text{CH}_3-\text{CH}_2-\underset{\text{CH}_3}{\text{CH}}-\text{CH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CN}$		18,0	7,0	-4,7
$\text{CH}_5\text{H}_{11}\text{O}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{NC})_2-\text{OC}_5\text{H}_{11}$		13,0		



- 47 =

6	7	8
---	---	---

7,0

 $1 \cdot 10^3$

63

5,0

 $7 \cdot 10^4$

71



Пример 80 - 82. иллюстрирует возможность использования некоторых из предлагаемых составов жидкокристаллических материалов с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии в электрооптических ячейках.

5. Пример 80.

10 Ячейку, состоящую из двух стеклянных пластин с электродами покрытиями из SnO_2 на внутренних поверхностях, заполняют жидкокристаллическим материалом, полученном в
15 примере 32. При температуре 23°C диэлектрическая анизотропия смеси на частоте 200 гц $\epsilon_a = +2,2$, на частоте $f = 8,5$ кГц $\epsilon_a = 0$, а при $f = 40$ кГц $\epsilon_a = -2,1$. Для получения твист-ориентации стеклянные пластины со стороны электродов натирали в двух взаимноперпендикулярных направлениях. Толщина слоя жидкого кристалла задавалась тефлоновыми
20 прокладками и составляла 20 мкм. Ячейку помещают в скрещенные поляризаторы таким образом, чтобы направление поляризации было перпендикулярно падающему на ячейку световому излучению и совпадало с направлением натирания передней пластины. На ячейку подают электрическое напряжение в виде
25 пугов меандра частотой 500 гц, чередующихся с дугами синусоидального напряжения частотой 50 кГц. Частота следования одноименных импульсов составляла 50 гц. Низкочастотное напряжение ориентирует жидкий кристалл длинными осями молекул вдоль поля, а высокочастотное возвращает жидкий кристалл в
30 исходную закрученную твист-структуру. При амплитудных значениях низкой и высокой частоты 70 в и длительностях пугов 4 мсек время включения твист-эффекта составляет 0,5 мсек; а время выключения - 1 мсек.

Пример 81.

30 Используют жидкокристаллический материал, в условиях аналогичных указанным в примере 74. Исходная текстура слоя материала / толщина 10 мкм / непрозрачная конфокальная. Прикладывают к слою электрическое поле частотой 200 гц и напряженностью $1,2 \cdot 10^5$ в/см. Получается прозрачная оптически
35 неактивная текстура. Отключают поле-кофекальная текстура восстанавливается. Прикладывают к слою поле частотой 50 кГц



- 49 -

- и напряженностью $5 \cdot 10^4$ в/см, получается оптически активная текстура Гранжана, имеющая яркую красную окраску. Эта текстура сохраняется после отключения поля. Прикладывают к слою поле частотой 200 гц и напряженностью $5 \cdot 10^4$ в/см. По-
- 5 получается исходная непрозрачная конфокальная текстура, которая сохраняется после отключения поля.

Пример 82.

- Планарная текстура жидкокристаллического материала, аналогичного указанному в примере 75, выглядит на просвет
- 10 розовой; на отражение при поглощающем экране - зеленой; при зеркальном экране - ярко розовой.

- При подаче на слой толщиной 10 мкм напряжения 80 в частотой 300 гц образуется конфокальная текстура, которая на просвет непрозрачна; на отражение при поглощающем экра-
- 15 не - бледно-молочно-белая; при зеркальном экране - интенсивно молочно-белая со слабым зеленоватым оттенком. При подаче напряжения 140 в частотой 300 гц конфокальная текстура переходит в нематическую фазу, которая на просвет прозрачная; при работе на отражение и поглощающем экране
- 20 выглядит черной; при зеркальном экране виден зеркальный блеск. Исходная планарная текстура восстанавливается подачей напряжения 100 в частотой 50 кГц.

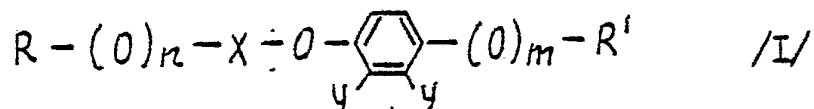
Промышленная применимость

- Новые производные фенола общей формулы /I/ находят
- 25 применение для получения жидкокристаллических материалов различных типов, которые могут использоваться в электронной промышленности в различных электрооптических и опто-электронных системах отображения и обработки информации.



ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

I. Производные фенола, имеющие общую формулу:

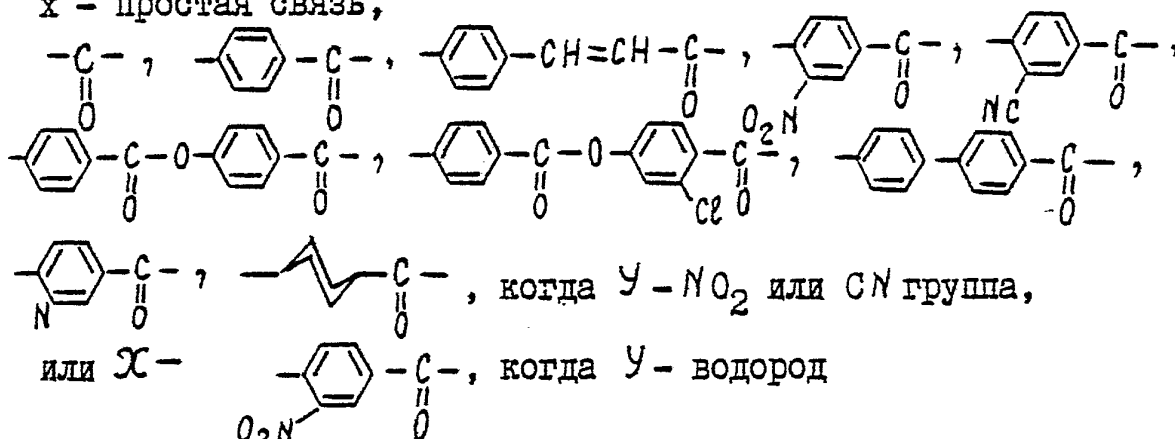


5 в которой R и R' имеют одинаковые или различные значения и представляют собой каждый алкил, содержащий от I до 9 атомов углерода;

O - атом кислорода;

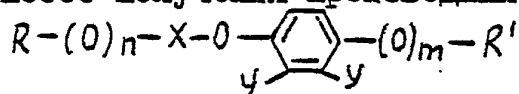
n и m - имеют одинаковые или различные значения и равны 0 или I;

10 X - простая связь,



15 причем в том случае, когда X - простая связь исключается
R = R' = CH₃ или C₄H₉.

2. Способ получения производных фенола общей формулы

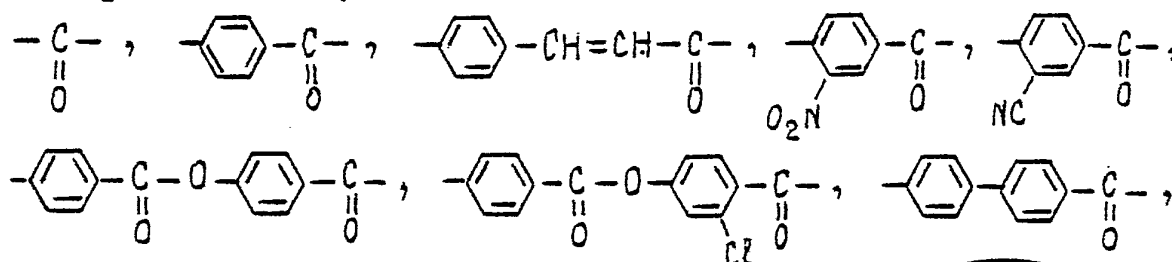


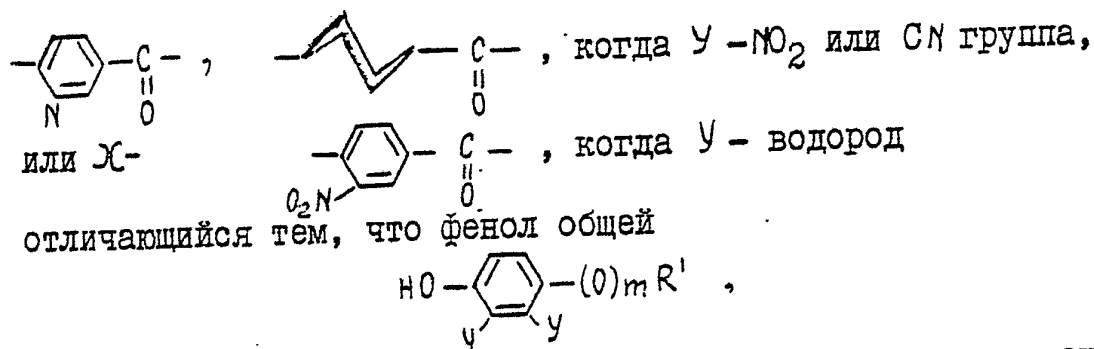
20 в которой R и R' имеют одинаковые или различные значения и представляют собой каждый алкил, содержащий от I до 9 атомов углерода,

O - атом кислорода;

n и m - имеют одинаковые или различные значения и равны 0 или I;

25 X - простая связь,



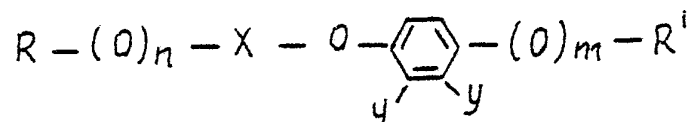


5 в которой R', m и y — имеют вышеуказанные значения, ацилируют хлорангидридом кислоты общей формулы:



где R, n и X — имеют значения, аналогичные указанным выше, исключая соединения, в формуле которых при X — простая связь, R = R' = CH₃ или C₄H₉, в среде пиридина при комнатной температуре с последующим выделением целевого продукта.

10 3. Жидкокристаллический материал с отрицательной диэлектрической анизотропией, включающий в свой состав производные фенола по п. I, имеющие диэлектрическую анизотропию, менее или равную минус 6, отличающийся тем, что он содержит 3,5 — 40 вес.% по меньшей мере одного производного фенола общей формулы:

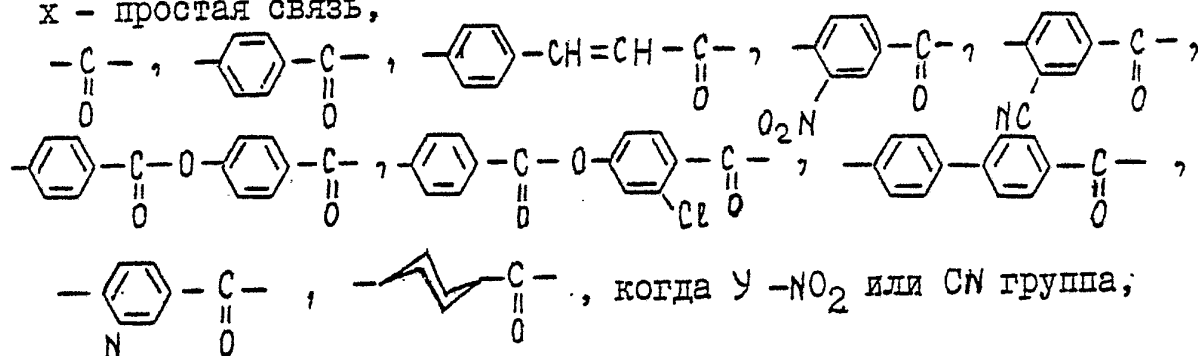


20 в которой R и R' имеют одинаковые или различные значения и представляют собой каждый алкил, содержащий от I до 9 атомов углерода,

O — атом кислорода,

25 n и m — имеют одинаковые или различные значения и равны 0 или I;

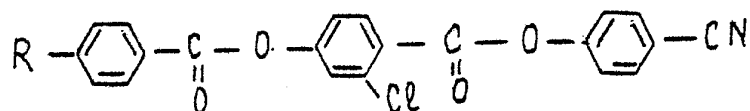
X — простая связь,



или X- $\text{—} \text{C}_6\text{H}_4 \text{—} \text{C}(=\text{O}) \text{—}$, когда Y - водород,

5. взятое в количестве 4 - 42 вес.%, 30 - 86 вес.% жидкокристаллического вещества с / / ДА / < I / и по меньшей мере одно жидкокристаллическое вещество с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии в количестве, достаточном до достижения 100 вес.%.

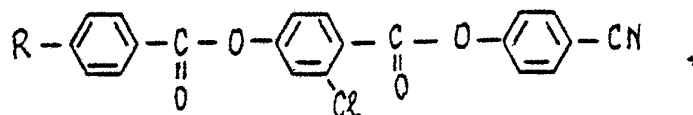
10. 6. Жидкокристаллический материал с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии по п. 5, отличающийся тем, что в качестве жидкокристаллических веществ с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии используют п - цианфениловые эфиры O - хлор - п - бензоилоксибензойной кислоты общей формулы:



15. в которой R - представляет собой алкил, содержащий от 4 до 7 атомов углерода.

20. 7. Способ получения жидкокристаллического материала с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии по п. 5, отличающийся тем, что смешивают 0,1 - 35 вес.% оптически-активного вещества и/или по меньшей мере одно производное фенола общей формулы / I / в количестве 4 - 42 вес.%, 30 - 86 вес.% жидкокристаллического вещества / / ДА / < I / и по меньшей мере одно жидкокристаллическое вещество с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии в количестве, достаточном для получения 100% вес.; полученную смесь нагревают до значения температуры, при которой смесь переходит в изотропное состояние, после чего названную смесь охлаждают до комнатной температуры.

30. 8. Способ получения жидкокристаллического материала с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии по п. 7, отличающийся тем, что в качестве жидкокристаллического вещества с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии используют п - цианфениловые эфиры O - хлор - п - бензоилоксибензойной кислоты общей формулы:



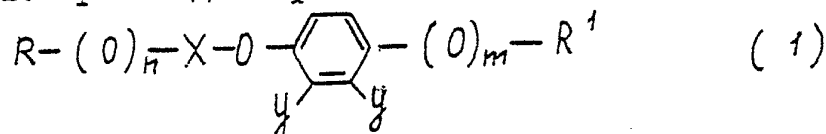
- 54 -

в которой R - алкил, содержащий от 4 до 7 атомов углерода.



ИЗМЕНЕННАЯ ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ
(получена Международным бюро 15 октября 1981 (15.10.81))

(изменен) I. Производные фенола, имеющие общую формулу:



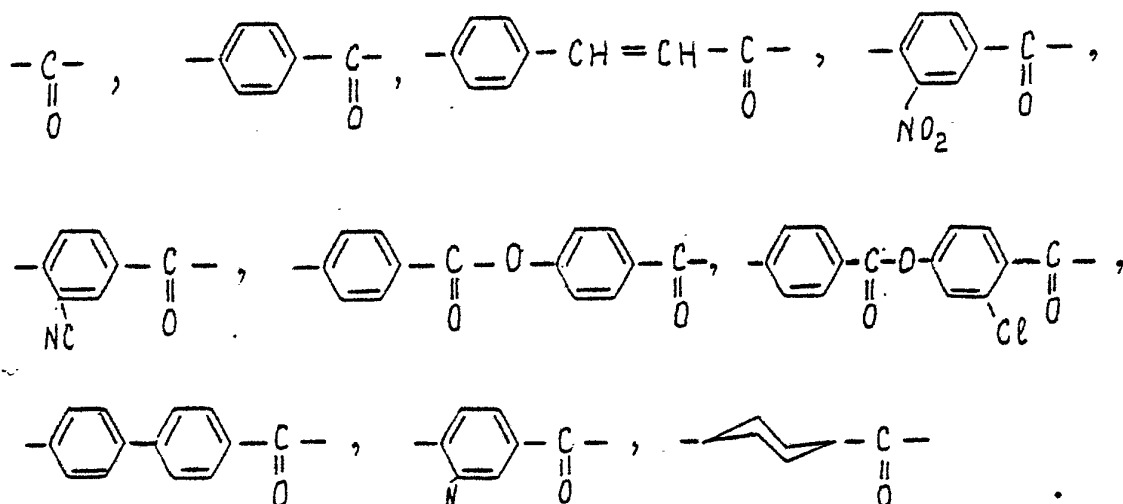
5 в которой R и R^I имеют одинаковые или различные значения и представляют собой алкил, содержащий от I до 9 атомов углерода;

O - атом кислорода;

n и m - имеют одинаковые или различные значения и рав-

10 ны 0 или I;

x - простая связь,



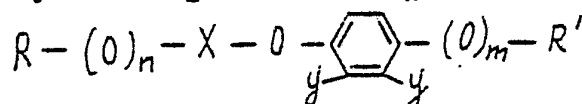
15 когда Y - NO₂ группа,

или X $-\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)-\text{C}(=\text{O})-$, когда Y - водород

причем в том случае, когда X - простая связь исключается

R = R^I = CH₃ или C₄H₉.

20 (изменен) 2. Способ получения производных фенола общей формулы



в которой R и R^I имеют одинаковые или различные значения и представляют собой каждый алкил, содержащий от

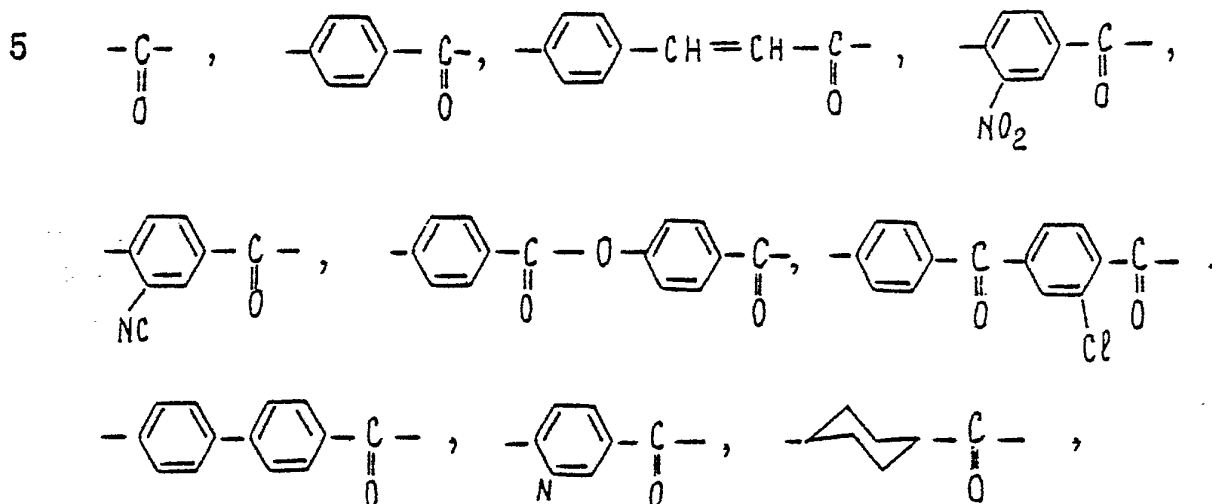
25 I до 9 атомов углерода,



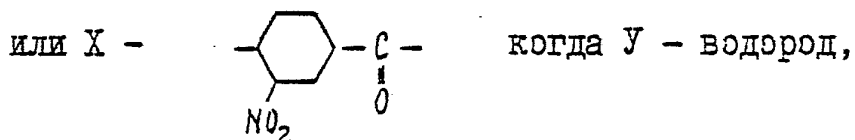
O - атом кислорода;

и и m - имеют одинаковые или различные значения и равны 0 или 1;

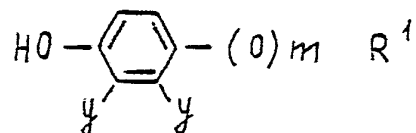
x - простая связь,



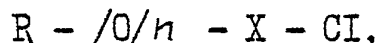
Когда Y - NO₂ группа



10 отличающийся тем, что фенол общей формулы



в которой R^I, m и y - имеют вышеуказанные значения, ацилируют хлор ангидридом кислоты общей формулы:

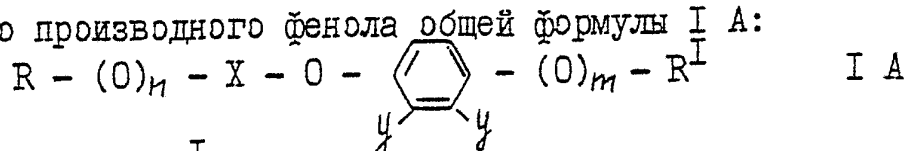


15 где R, n и X - имеют значения, аналогичные указанным выше, исключая соединения, в формуле которых при x - простая связь, R = R^I = CH₃ или C₄H₉, в среде пиридина при комнатной температуре с последующим выделением

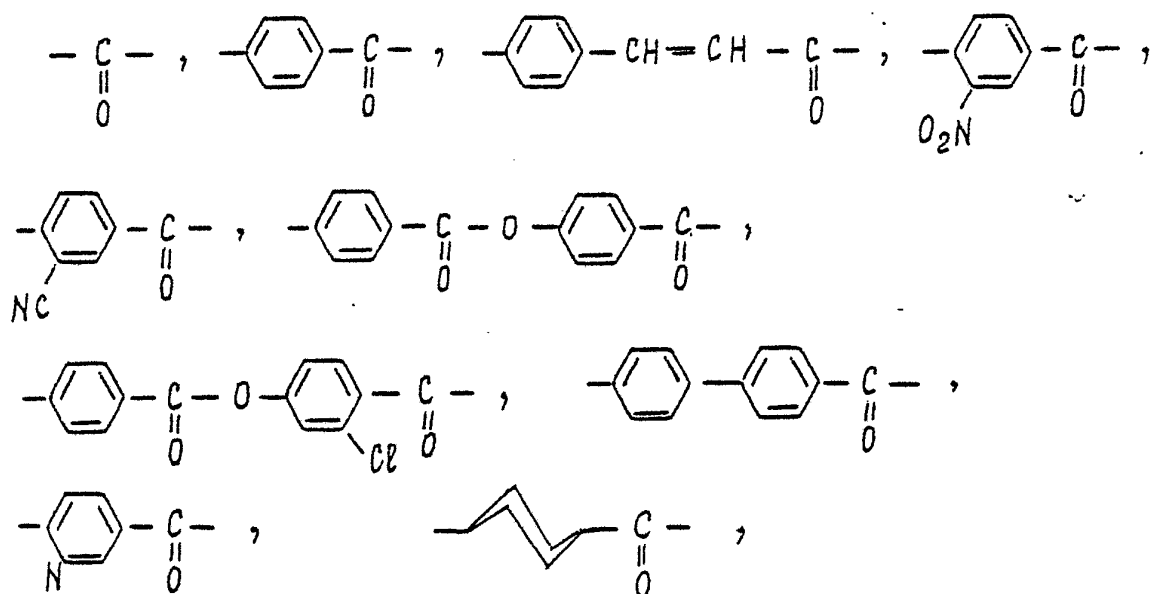


целевого продукта.

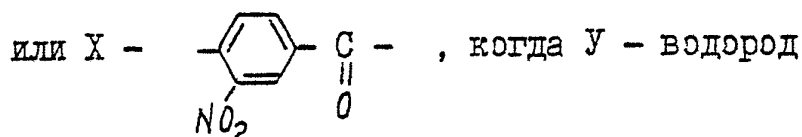
(изменен) 3. Жидкокристаллический материал с отрицательной диэлектрической анизотропией, включающий в свой состав производные фенола, имеющие диэлектрическую анизотропию менее или равную минус 6, отличающийся тем, что он содержит 3,5 - 40 вес.% по меньшей мере одного производного фенола общей формулы I A:



- в которой R и R^I имеют одинаковые или различные значения и представляют собой каждый алкил, содержащий от I до 9 атомов углерода,
 O - атом кислорода,
 n и m - имеют одинаковые или различные значения и равны 0 или I;
 X - простая связь,



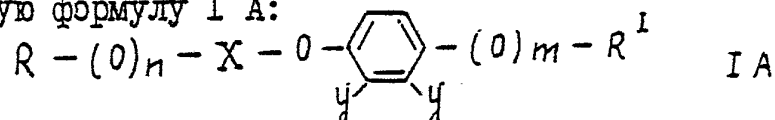
20 когда Y - NO₂ или CN группа



и 96,5 - 30 вес.% жидкокристаллического вещества с низким значением диэлектрической анизотропии (ДА < I).

(изменен) 4. Способ получения жидкокристаллического материала с отрицательной диэлектрической анизотропией по п.3, отличающийся тем, что смешивают 3,5-40 вес.% по меньшей мере одного производного фенола общей формулы I А и 96,5-30 вес.% жидкокристаллического вещества с низким значением диэлектрической анизотропии ($\epsilon/\epsilon_a < 1$), полученную смесь нагревают до значения температуры, при которой смесь переходит в изотропное состояние, после чего названную смесь охлаждают до комнатной температуры.

(изменен) 5. Жидкокристаллический материал с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии, содержащий производные фенола, имеющие диэлектрическую анизотропию менее или равную минус 6, отличающийся тем, что он содержит 0,1-35 вес.% оптически - активного вещества и/или по меньшей мере одно из производных фенола, имеющие общую формулу I А:

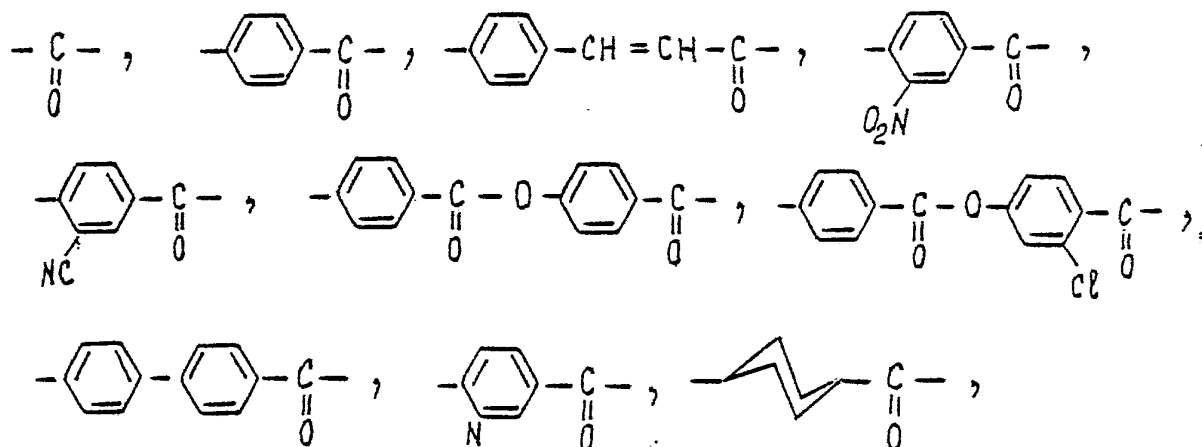


в которой R и R^I имеют одинаковые или различные значения и представляют собой каждый алкил, содержащий от 1 до 9 атомов углерода;

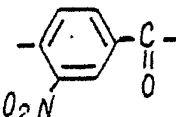
O - атом кислорода;

n и m - имеют одинаковые значения или различные, и равны 0 или 1;

x - простая связь,



когда $Y - NO_2$ или CN группа,

или X , когда Y - водород,

взятое в количестве 4 - 42 вес.%, 30-86 вес.% жидкокристаллического вещества с ($/DA/ < I$) и по меньшей мере одно жидкокристаллическое вещество с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии в количестве, достаточном до достижения 100 вес.%.

6. Жидкокристаллический материал с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии по п.5, отличающийся тем, что в качестве жидкокристаллических веществ с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии используют n -цианфеноловые эфиры O - хлор - n - бензилоксибензойной кислоты общей формулы:

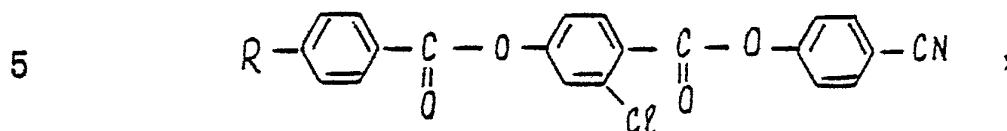
15 в которой R - представляет собой алкил, содержащий от 4 до 7 атомов углерода.

(изменен) 7. Способ получения жидкокристаллического материала с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии по п.5, отличающийся тем, что 20 смешивают 0,1-35 вес.% оптически активного вещества и/или по меньшей мере одно производное фенола общей формулы I А в количестве 4-42 вес.%, 30-86 вес.% жидкокристаллического вещества ($/DA/ < I$) и по меньшей мере одно жидкокристаллическое вещество с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии в количестве, 25 достаточном для получения 100 вес.%; полученную смесь нагревают до значения температуры, при которой смесь переходит в изотропное состояние, после чего названную смесь охлаждают до комнатной температуры.

30 8. Способ получения жидкокристаллического материала с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии по п.7, отличающийся тем, что



в качестве жидкокристаллического вещества с низкочастотной инверсией знака диэлектрической анизотропии используют *п*-цианфениловые эфиры -*о*-хлор-*п*-бензоил-оксибензойной кислоты общей формулы:



в которой R - алкил, содержащий от 4 до 7 атомов углерода.

ОТЧЕТ О МЕЖДУНАРОДНОМ ПОИСКЕ

Международная заявка № PCT/SU80/00145

I. КЛАССИФИКАЦИЯ ОБЪЕКТА ИЗОБРЕТЕНИЯ (если применяются несколько классификационных индексов, укажите все) ³		
В соответствии с Международной классификацией изобретений (МКИ) или как в соответствии с национальной классификацией, так и с МКИ ³ C09K 3/34; C07C 121/76; C07C 69/92		
II. ОБЛАСТИ ПОИСКА		
Минимум документации, охваченной поиском ⁴		
Система классификации	Классификационные рубрики	
МКИ ² МКИ ² US GB	C09K 3/34; C07C 121/76, 69/92 C09K 3/34; C07C 121/76, 69/92 252-299 C4X 12	
Документация, охваченная поиском и не входившая в минимум документации, в той мере, насколько она входит в область поиска ⁵		
III. ДОКУМЕНТЫ, ОТНОСЯЩИЕСЯ К ПРЕДМЕТУ ПОИСКА¹⁴		
Категория*	Ссылка на документ ¹⁶ , с указанием, где необходимо, частей, относящихся к предмету поиска ¹⁷	Относится к пункту формулы №18
X	GB, A, 2035303 опубликовано 18 июня 1980, Kitaku Osaka	I
A	FR, AI, 2439765, опубликовано 23 мая 1980, THOMSON - CSF	2
A	FR, A2, 2357625, опубликовано 3 февраля 1978, THOMSON - CSF	3-8
A	FR, AI, 2430446, опубликовано 1 февраля 1980, THOMSON - CSF	3-8
A	EP, AI, 0004489, опубликовано 3 октября 1979, THOMSON - CSF	3-8
* Особые категории ссылочных документов ¹⁵ : .A* документ, определяющий общий уровень техники. .E* более ранний патентный документ, но опубликованный на дату международной подачи или после нее. .L* документ, ссылка на который делается по особым причинам, отличным от упомянутых в других категориях. .O* документ, относящийся к устному раскрытию, применению, выставке и т. д. .P* документ, опубликованный до даты международной подачи, но на дату испрашиваемого приоритета или после нее. .T* более поздний документ, опубликованный на или после даты международной подачи или даты приоритета и не порочащий заявку, но приведенный для понимания принципа или теории, на которых основывается изобретение. .X* документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска.		
IV. УДОСТОВЕРЕНИЕ ОТЧЕТА		
Дата действительного завершения международного поиска ² 9 апреля 1981 (9.04.81)		Дата отправки настоящего отчета о международном поиске ² 22 мая 1981 (22.05.81)
Международный поисковый орган ¹ ISA/SU		Подпись уполномоченного лица ²⁰ (Л. Комарова)

ПРОДОЛЖЕНИЕ ТЕКСТА, НЕ ПОМЕСТИВШЕГОСЯ НА ВТОРОМ ЛИСТЕ

II. АТ - 42e₂, 14; 12e₂ 19V. ☐ ЗАМЕЧАНИЯ, КАСАЮЩИЕСЯ ВЫЯВЛЕННЫХ ПУНКТОВ ФОРМУЛЫ, НЕ ПОДЛЕЖАЩИХ ПОИСКУ¹⁰

Настоящий отчет о международном поиске не охватывает некоторых пунктов формулы в соответствии со статьей 17(2)(а) по следующим причинам:

1. ☐ Пункты формулы №№ _____, т. к. они относятся к объектам, по которым настоящий Орган не проводит поиск.

2. ☐ Пункты формулы №№ _____, т. к. они относятся к частям международной заявки, настолько не соответствующим предписанным требованиям, что по ним нельзя провести полноценный поиск, а именно:

VI. ☐ ЗАМЕЧАНИЯ, КАСАЮЩИЕСЯ ОТСУТСТВИЯ ЕДИНСТВА ИЗОБРЕТЕНИЯ¹¹

В настоящей международной заявке Международный поисковый орган выявил несколько изобретений:

1. ☐ Т. к. все необходимые дополнительные пошлины (тарифы) были уплачены своевременно, настоящий отчет о международном поиске охватывает все пункты формулы изобретения, по которым можно провести поиск.

2. ☐ Т. к. не все необходимые дополнительные пошлины (тарифы) были уплачены своевременно, настоящий отчет о международном поиске охватывает лишь те пункты формулы изобретения, за которые были уплачены пошлины (тарифы), а именно:

3. ☐ Необходимые дополнительные пошлины (тарифы) не были уплачены своевременно. Следовательно, настоящий отчет о международном поиске ограничивается изобретением, упомянутым первым в формуле изобретения; оно охвачено пунктами:

Замечания по возражению

☐ Уплата дополнительных пошлин (тарифов) за поиск сопровождалась возражением заявителя

☐ Уплата дополнительных пошлин (тарифов) за поиск не сопровождалась возражением заявителя

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No PCT/SU 80/00145

I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER (If several classification symbols apply, indicate all) ³ According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC ³ C09K 3/34; C07C 121/76; C07C 69/92																				
II. FIELDS SEARCHED Minimum Documentation Searched ⁴ <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <th style="width: 30%; text-align: left; border-bottom: 1px solid black;">Classification System</th> <th style="text-align: left; border-bottom: 1px solid black;">Classification Symbols</th> </tr> <tr> <td>IPC</td> <td>C09k 3/34; C07c 121/76, 69/92</td> </tr> <tr> <td>IPC²</td> <td>C09K 3/34 ; C07C 121/76, 69/92</td> </tr> <tr> <td>US</td> <td>252,299</td> </tr> <tr> <td>GB</td> <td>C4X 12</td> </tr> </table> Documentation Searched other than Minimum Documentation to the Extent that such Documents are Included in the Fields Searched ⁵			Classification System	Classification Symbols	IPC	C09k 3/34; C07c 121/76, 69/92	IPC ²	C09K 3/34 ; C07C 121/76, 69/92	US	252,299	GB	C4X 12								
Classification System	Classification Symbols																			
IPC	C09k 3/34; C07c 121/76, 69/92																			
IPC ²	C09K 3/34 ; C07C 121/76, 69/92																			
US	252,299																			
GB	C4X 12																			
III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT ¹⁴ <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <th style="width: 10%; text-align: left; border-bottom: 1px solid black;">Category *</th> <th style="text-align: left; border-bottom: 1px solid black;">Citation of Document, ¹⁶ with indication, where appropriate, of the relevant passages ¹⁷</th> <th style="width: 10%; text-align: left; border-bottom: 1px solid black;">Relevant to Claim No. ¹⁸</th> </tr> <tr> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">X</td> <td>GB, A, 2035303, published on 18 June 1980, Kitaku Osaka</td> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">1</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">A</td> <td>FR, A1, 2439765, published on 23 May 1980, THOMSON-CSF</td> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">2</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">A</td> <td>FR, A2, 2357625, published on 3 February 1978, THOMSON-CSF</td> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">3-8</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">A</td> <td>FR, A1, 2430446, published on 1 February 1980; THOMSON-CSF</td> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">3-8</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">A</td> <td>EP, A1, 0004489, published on 3 October 1979, THOMSON-CSF</td> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">3-8</td> </tr> </table>			Category *	Citation of Document, ¹⁶ with indication, where appropriate, of the relevant passages ¹⁷	Relevant to Claim No. ¹⁸	X	GB, A, 2035303, published on 18 June 1980, Kitaku Osaka	1	A	FR, A1, 2439765, published on 23 May 1980, THOMSON-CSF	2	A	FR, A2, 2357625, published on 3 February 1978, THOMSON-CSF	3-8	A	FR, A1, 2430446, published on 1 February 1980; THOMSON-CSF	3-8	A	EP, A1, 0004489, published on 3 October 1979, THOMSON-CSF	3-8
Category *	Citation of Document, ¹⁶ with indication, where appropriate, of the relevant passages ¹⁷	Relevant to Claim No. ¹⁸																		
X	GB, A, 2035303, published on 18 June 1980, Kitaku Osaka	1																		
A	FR, A1, 2439765, published on 23 May 1980, THOMSON-CSF	2																		
A	FR, A2, 2357625, published on 3 February 1978, THOMSON-CSF	3-8																		
A	FR, A1, 2430446, published on 1 February 1980; THOMSON-CSF	3-8																		
A	EP, A1, 0004489, published on 3 October 1979, THOMSON-CSF	3-8																		
* Special categories of cited documents: ¹⁵ "A" document defining the general state of the art "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document cited for special reason other than those referred to in the other categories "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but on or after the priority date claimed "T" later document published on or after the international filing date or priority date and not in conflict with the application, but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance																				
IV. CERTIFICATION <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 50%; border-bottom: 1px solid black; vertical-align: top;"> Date of the Actual Completion of the International Search ² 9 April 1981 (09.04.81) </td> <td style="width: 50%; border-bottom: 1px solid black; vertical-align: top;"> Date of Mailing of this International Search Report ² 22 May 1981 (22.05.81) </td> </tr> <tr> <td style="border-bottom: 1px solid black; vertical-align: top;"> International Searching Authority ¹ USSR—STATE COMMITTEE FOR INVENTIONS AND DISCOVERIES </td> <td style="border-bottom: 1px solid black; vertical-align: top;"> Signature of Authorized Officer ²⁰ </td> </tr> </table>			Date of the Actual Completion of the International Search ² 9 April 1981 (09.04.81)	Date of Mailing of this International Search Report ² 22 May 1981 (22.05.81)	International Searching Authority ¹ USSR—STATE COMMITTEE FOR INVENTIONS AND DISCOVERIES	Signature of Authorized Officer ²⁰														
Date of the Actual Completion of the International Search ² 9 April 1981 (09.04.81)	Date of Mailing of this International Search Report ² 22 May 1981 (22.05.81)																			
International Searching Authority ¹ USSR—STATE COMMITTEE FOR INVENTIONS AND DISCOVERIES	Signature of Authorized Officer ²⁰																			

FURTHER INFORMATION CONTINUED FROM THE SECOND SHEET

II

AT - 42e₂, 14; 12e₂ 19V. ☐ OBSERVATIONS WHERE CERTAIN CLAIMS WERE FOUND UNSEARCHABLE ¹⁰

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2) (a) for the following reasons:

1. ☐ Claim numbers _____, because they relate to subject matter ¹² not required to be searched by this Authority, namely:

2. ☐ Claim numbers _____, because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out ¹³, specifically:

VI. ☐ OBSERVATIONS WHERE UNITY OF INVENTION IS LACKING ¹¹

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application as follows:

1. ☐ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims of the international application.

2. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims of the international application for which fees were paid, specifically claims:

3. ☐ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claim numbers:

Remark on Protest

☐ The additional search fees were accompanied by applicant's protest.

☐ No protest accompanied the payment of additional search fees.